

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université A.MIRA-BEJAIA



جامعة بجاية  
Tasdawit n Bgayet  
Université de Béjaïa



Faculté de Technologie  
Département de  
Génie des Procédés

## MÉMOIRE

En vue de l'obtention du diplôme de

## Master

En: Génie des Procédés

Option : Génie des Procédés des Matériaux

Thème

*Étude de la spéciation chimique du Nickel avec des phases  
d'hydratations formés dans des matrices cimentaires.*

Préparé par :

AOTK Vco c| qw| v0  
KHGTDQWEJ G Vcqw0

Devant un jury composé de:

|              |                 |
|--------------|-----------------|
| Promoteur    | Mr S.HADDAD.    |
| Co-promoteur | Mr K.MOUSSACEB. |
| Présidente   | Mme S.YALA.     |
| Examinatrice | Mme D.HAMMICHE. |

Année Universitaire : 2019/2020

# *Remerciement*

*Tous nos remerciements vont au premier lieu au grand DIEU le tout puissant qui nous a donné la volonté, la force et la patience pour réaliser ce modeste travail.*

*Notre gratitude s'adresse à Mr S. HADDAD pour son encadrement, son orientation et ses conseils qui nous ont permis de mener à bien ce travail.*

*On tient à remercier Mr K. MOUSSACEB qui a su nous conseiller et guider.*

*T. AMRI et T. KHERBOUCHE*

# *Dédicace*

*A ma très chère mère,*

*Quoi que je fasse ou quoi que je dise, je ne serai point te remercier comme il se doit, ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.*

*A mon cher père,*

*Tu as toujours été à mes côtés pour me guider, me soutenir, m'encourager, me conseiller.*

*Que ce travail traduit ma profonde gratitude et mon affection.*

*A toute ma famille oncles et tantes « AMRI et BERRI » plus particulièrement :*

*mes grands-parents,*

*mes deux sœurs Celina et Ines,*

*mon frère Yales,*

*mes tantes Fayza, Zahra, Imane et Souad,*

*khali Ghilas,*

*Pour leurs encouragements permanents, et leurs soutiens moral.*

*A ma chère binôme et copine Tata pour tous ses efforts et sa patience qu'elle a prouvée tout au long de notre parcours universitaire.*

*A tous mes ami(e)s plus particulièrement : Mitchi, Tina, Mima, Melissa, et Bilou.*

*A tous ceux que j'aime et ceux qui m'aiment.*

*Tamazouzt AMRI.*

# *Dédicace*

*A ma chère mère,*

*A mon cher père,*

*Pour tous leurs sacrifices, leur amour, leurs soutiens, leurs encouragements et leurs prières tout au long parcours de mes études.*

*A toute ma famille KHERBOUCHE plus particulièrement :*

*mes chères sœurs Zakia, Karima et leurs maris,*

*ma sœur Douda,*

*mes deux frères Hamid, Youyou et leurs femmes,*

*tous mes neveux et nièces,*

*mon fiancé Sofiane,*

*mes beaux-parents, et mes belles sœurs,*

*Pour leurs encouragements permanents, et leurs soutiens moral.*

*A ma chère binôme et copine Mayza pour tous ses efforts et sa patience qu'elle a prouvée tout au long.*

*de notre parcours universitaire.*

*A tous mes ami(e)s plus particulièrement : Merieme, Sylia, Lila et Abdhak.*

*A tous ceux que j'aime et ceux qui m'aiment.*

*Taous KHERBOUCHE .*

## TABLE DES MATIERES

|                                    |             |
|------------------------------------|-------------|
| <b>Remerciement.....</b>           | <b>i</b>    |
| <b>Dédicace.....</b>               | <b>ii</b>   |
| <b>Dédicace.....</b>               | <b>iii</b>  |
| <b>Table des matières .....</b>    | <b>iv</b>   |
| <b>Liste des abréviations.....</b> | <b>ix</b>   |
| <b>Liste des tableaux .....</b>    | <b>xi</b>   |
| <b>Liste des figures .....</b>     | <b>xii</b>  |
| <b>Introduction générale.....</b>  | <b>xiii</b> |

### CHAPITRE I

#### ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

|  |          |
|--|----------|
| <b>I.1 Introduction.....</b>   | <b>1</b> |
| <b>I.2.Généralités sur les déchets .....</b>                             | <b>1</b> |
| I.2.1. Définition du déchet.....   | 1        |
| I.2.2. Classification des déchets .....                                  | 1        |
| I.2.2.1. Déchets solides urbains .....                                   | 1        |
| I.2.2.2. Déchets ménagers et assimilés .....                             | 1        |
| I.2.2.3. Déchets agricoles .....   | 2        |
| I.2.2.4. Déchets radioactifs .....                                       | 2        |
| I.2.2.5. Déchets industriels banals (DIB) ou déchets non dangereux ..... | 2        |
| I.2.2.6. Déchets industriels spéciaux.....                               | 2        |
| I.2.2.7. Déchets hospitaliers .....                                      | 2        |
| I.2.2.8. Déchets inertes .....   | 3        |
| I.2.2.9. Déchets fermentescibles .....                                   | 3        |
| I.2.2.10. Déchets ultimes .....  | 3        |
| I.2.2.11. Les boues.....   | 3        |
| I.2.2.12. Déchets spatiaux.....  | 3        |
| I.2.3. Les risques liés aux déchets .....                                | 3        |
| <b>I.3. Métaux lourds.....</b>   | <b>4</b> |
| I.3.1. Définition des métaux lourds .....                                | 4        |

|  |           |
|--|-----------|
| I.3.2. Sources d'émissions des métaux lourds .....                         | 5         |
| I.3.2.1. Sources naturelles.....   | 5         |
| I.3.2.2. Emissions industrielles .....                                     | 6         |
| I.3.3. Présentation du nickel .....  | 6         |
| I.3.3.1. Nickel .....  | 6         |
| I.3.3.2. La Spéciation du Nickel .....                                     | 7         |
| I.3.3.3. Utilisation du Nickel .....                                       | 8         |
| I.3.3.4. Risque du Nickel .....  | 9         |
| I.3.3.4.1. Impact sur la santé de l'être humain .....                      | 9         |
| I.3.3.4.2. Impact sur l'environnement .....                                | 10        |
| <b>I.4. Stabilisation /Solidification des déchets .....</b>                | <b>11</b> |
| I.4.1. Principe des procédés de solidification et stabilisation .....      | 11        |
| I.4.2. Description .....   | 11        |
| I.4.3. Objectif de la solidification et stabilisation.....                 | 12        |
| I.4.4. Les procédés de stabilisation solidification.....                   | 12        |
| <b>I.5. Déchets à stabiliser/solidifier.....</b>                           | <b>14</b> |
| I.5.1. Catégories des déchets .....  | 14        |
| I.5.2. Caractérisations des déchets stabilisés/solidifiés .....            | 15        |
| I.5.3. Déchets admis et interdits .....                                    | 15        |
| I.5.4. Condition d'admission .....   | 16        |
| <b>I.6. Stabilisation/solidification par des liants hydrauliques .....</b> | <b>16</b> |
| I.6.1. Choix de la solidification et stabilisation au ciment.....          | 17        |
| <b>I.7. Les ciments .....</b>  | <b>17</b> |
| I.7.1. Définition de ciment.....   | 17        |
| I.7.2. Fabrication du ciment.....  | 17        |
| I.7.3. Les ciments courants .....  | 19        |
| I.7.3.1. Le ciment portland artificiel (CEM I) .....                       | 20        |
| I.7.3.2. Le ciment portland composé (CEM II) .....                         | 21        |
| <b>I.8. Le Béton .....</b>   | <b>22</b> |
| I.8.1. Définition .....  | 22        |
| I.8.2. Les différents types de béton .....                                 | 22        |

|   |           |
|---|-----------|
| <b>I.9. Les mortiers</b> .....  | <b>22</b> |
| I.9.1. Définition .....   | 22        |
| I.9.2. Constituants des mortiers .....  | 23        |
| I.9.2.1. Le liant .....   | 23        |
| I.9.2.2. Le sable .....   | 23        |
| I.9.2.3. L'eau de gâchage.....  | 23        |
| I.9.2.4.les additifs .....  | 23        |
| I.9.2.4.1. Les adjuvants.. .....  | 23        |
| I.9.2.4.2. Les ajouts.....  | 24        |
| I.9.3. Fabrication des mortiers.....  | 24        |
| I.9.4. Différents types des mortiers.....   | 24        |
| I.9.4.1. Les mortiers fabriqués sur le chantier .....   | 24        |
| I.9.4.2. Les mortiers industriels secs prés mélangés.....                                     | 24        |
| I.9.4.3. Les mortiers frais retardés, stabilisés, prêts à l'emploi .....                      | 25        |
| I.9.4.4. Les mortiers de fibres.....  | 25        |
| I.9.5. Classe des mortiers.....   | 25        |
| I.9.6. Utilisation des mortiers .....   | 25        |
| <b>I.10.Avantage de la stabilisation et solidification au liant hydraulique –ciment</b> ..... | <b>26</b> |

## **CHAPITRE II**

### **PROTOCOLES EXPERIMENTAUX**

|   |           |
|---|-----------|
| <b>II.1.Introduction</b> .....                        | <b>27</b> |
| <b>II.2. Formulation des matériaux</b> .....          | <b>27</b> |
| II .2.1. Mise en œuvre de la solidification .....     | 27        |
| II.2.2. L'eau .....                                   | 27        |
| II.2.3. Le ciment .....                               | 28        |
| II.2.4. Le mortier .....                              | 28        |
| II.2.5. Le béton .....                                | 28        |
| II.2.5.1. Analyse granulométrique par tamisage.....   | 28        |
| II.2.5.2. La courbe granulométrique par tamisage..... | 30        |
| II.2.6. Formulation et mise en œuvre des bétons.....  | 30        |
| II.2.6.1. Méthode de formulation de béton .....       | 31        |

|   |           |
|---|-----------|
| II.2.6.2. Courbe de référence .....   | 31        |
| II.2.6.3. Formulation du béton.....   | 32        |
| <b>II.3. Préparation des échantillons .....</b>                                       | <b>32</b> |
| II.3.1. Mode opératoire.....  | 33        |
| II.3.2. Préparation des matrices monolithiques .....                                  | 35        |
| <b>II.4. Les essais mécaniques .....</b>  | <b>35</b> |
| II.4.1. Mesure des résistances a la compression et la flexion (EN196-1).....          | 35        |
| II.4.1.1. Objectif de l’essai .....   | 35        |
| II.4.1.2. Essai par flexion.....  | 35        |
| II.4.1.3. Essai de rupture par compression .....                                      | 36        |
| II.4.2. Préparation de la poudre a analysé.....                                       | 36        |
| II.4.2.1. Concassage.....   | 37        |
| II.4.2.2. Broyage.....  | 37        |
| II.4.2.3. Tamisage.....   | 38        |
| II.4.2.4. Homogénéisation et Quartage.....  | 38        |
| II.4.3. Taux d’humidité.....  | 39        |
| II.4.3.1. Mode Opératoire .....   | 39        |
| <b>II.5. Caractérisation physico-chimique des matériaux .....</b>                     | <b>39</b> |
| II.5.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX).....                               | 39        |
| II.5.1.1. Définition de la diffraction X.....   | 39        |
| II.5.1.2. Le principe de la diffraction X.....  | 40        |
| II.5.2. Analyse spectroscopie infrarouge (IRTF).....                                  | 42        |
| II.5.2.1. Définition .....  | 42        |
| II.5.2.2. Le principe de (IRTF) .....   | 42        |
| II.5.3. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) .....                               | 43        |
| II.5.3.1. Définition .....  | 43        |
| II.5.3.2. Le principe de microscopie électronique à balayage .....                    | 43        |
| II.5.4. Analyse thermique différentiel et analyse thermogravimétrie et (ATD/ATG)..... | 44        |
| II.5.4.1. Analyse ATD .....   | 44        |
| II.5.4.2. Analyse ATG .....   | 44        |
| <b>II.6. Test de lixiviation TCLP (TOXICITY CHARACTERISTIC LEACHING PROCEDURE)45</b>  |           |

|  |           |
|--|-----------|
| II.6.1. Tests de lixiviations .....                        | 45        |
| II.6.1.1. Principe .....                                   | 45        |
| <b>II.7. Test de lixiviation sur monolithe (TLM) .....</b> | <b>45</b> |
| II.7.1. Objectif .....                                     | 46        |
| II.7.2. Principe .....                                     | 46        |

### CHAPITRE III

#### REVUE DE LA LITTERATURE SUR LES RESULTATS

(spéciation, mécanismes réactionnels, phases d'hydratations)

|   |               |
|---|---------------|
| <b>III.1. Introduction.....</b>   | <b>47</b>     |
| <b>III .2. Discussion des résultats théoriquement .....</b>   | <b>48</b>     |
| III.2.1. Caractérisation du déchet.....   | 48            |
| III.2.1.1. Analyse de la DRX sur le déchet.....   | 50            |
| III.2.2. Caractérisation des matériaux solidifiés et stabilisés.....  | 51            |
| III.2.2.1. Temps de prise des matériaux .....   | 51            |
| III.2.2.2. Etude de relargage des espèces polluantes ( $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ et $\text{Cr}^{3+}$ ) lors du test gonflement..... | 52            |
| III.2.2.3. Résistance mécanique des matériaux stabilisés/solidifiés .....   | 53            |
| III.2.2.4. Influence de l'ajout du déchet sur la quantité des hydrates formés lors de l'hydratation<br>du ciment. ....                        | 55            |
| III.2.2.5. Test de lixiviation sur monolithe (TLM) .....  | 57            |
| III.2.2.6. Analyse infrarouge (IR).....   | 58            |
| III.2.2.7. Analyse par Microscope électronique à balayage (MEB- EDX).....   | 58            |
| III.2.2.8. Analyse minéralogique (DRX) .....  | 59            |
| <b>III.3. Conclusion.....</b>   | <b>61</b>     |
| <br><b>CONCLUSION GENERALE .....</b>  | <br><b>63</b> |
| <b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>  | <b>65</b>     |
| <b>LES ANNEXES .....</b>  | <b>71</b>     |

## LISTE DES ABREVIATIONS

|                  |  |
|------------------|--|
| DMA              | déchets Ménagers et Assimilés                                    |
| OM               | ordures Ménagères  |
| DIB              | déchets industriels banals                                       |
| PCB              | polychlorobiphényles   |
| CO <sub>2</sub>  | dioxyde de carbone   |
| S/S              | solidification / stabilisation                                   |
| BHP              | béton Haute Performance  |
| E/C              | eau / ciment   |
| V <sub>s</sub>   | volume du sable.   |
| V <sub>g</sub>   | volume des granulats 8/15  |
| V <sub>gr</sub>  | volume des granulats 15/25                                       |
| V <sub>e</sub>   | volume d'eau   |
| V <sub>c</sub>   | volume du ciment.  |
| D <sub>max</sub> | plus grand grain   |
| V <sub>b</sub>   | volume de l'éprouvette   |
| S <sub>c</sub>   | surface latérale + surface de la face inférieure de l'éprouvette |
| D                | la densité du matériau.  |
| M                | la masse du matériau.  |
| R <sub>f</sub>   | résistance à la traction par flexion                             |
| F <sub>f</sub>   | la charge de rupture par flexion                                 |
| R <sub>c</sub>   | résistance la compression  |
| F <sub>c</sub>   | la charge de rupture par compression                             |
| Q                | masse à quarter.   |
| m                | masse.   |
| d                | diamètre.  |
| K                | coefficient de répartition de l'échantillon k=0.1                |
| n                | nombre de quartage.  |
| m <sub>0</sub>   | la masse de l'échantillon avant séchage.                         |
| m <sub>0s</sub>  | la masse de l'échantillon après séchage                          |
| ∅                | angle entre le faisceau incident et le plan diffractant,         |
| d                | distance inter réticulaire entre les plans diffractant,          |

|           |  |
|-----------|--|
| $\lambda$ | longueur d'onde du faisceau incident       |
| n         | l'ordre de la diffraction.                 |
| DRX       | diffraction aux rayons X                   |
| MEB       | microscopie électronique à balayage        |
| SEM       | scanning Electron Microscopie              |
| ATD       | analyse thermique différentiel             |
| ATG       | analyse thermogravimétrie                  |
| TCLP      | toxicity characteristic leaching procedure |
| TLM       | test de lixiviation sur monolithe          |

## LISTE DES TABLEAUX

|  |    |
|--|----|
| <b>Tableau I.1</b> : les propriétés chimiques du Nickel.....   | 07 |
| <b>Tableau I.2.</b> Critères d'admission des déchets ultimes.....  | 16 |
| <b>Tableau I.3.</b> Différent type de ciments selon la norme NF EN 197-1.....                                    | 20 |
| <b>Tableau I.4:</b> Exemple de composition chimique d'un clinker .....   | 21 |
| <b>Tableau II.1:</b> Formulation des matériaux réalisés.....   | 27 |
| <b>Tableau II.2:</b> Composition chimique du ciment I.....   | 28 |
| <b>Tableau II.3</b> : Granulométrie du sable normalisé.....  | 28 |
| <b>Tableau II.4</b> : l'analyse granulométrique du sable 0/4mn.....  | 29 |
| <b>Tableau II.5</b> : l'analyse granulométrique du granulat 3/8 mn.....  | 29 |
| <b>Tableau II.6</b> : l'analyse granulométrique du granulat 8 /15 mm.....  | 30 |
| <b>Tableau III.1:</b> Composition chimique élémentaire du déchet de l'unité BCR obtenue<br>par l'eau régale..... | 47 |
| <b>Tableau III.2:</b> Composition chimique élémentaire du déchet de l'unité BCR.....                             | 48 |
| <b>Tableau III.3:</b> Composition chimique élémentaire du déchet de l'unité BCR.....                             | 48 |
| <b>Tableau III.4</b> : Composition chimique élémentaire du déchet de l'unité SANIAK.....                         | 49 |

## LISTE DES FIGURES

|  |    |
|--|----|
| <b>Figure I.1.</b> Tableau périodique des éléments illustrant les métaux lourds.....                                 | 05 |
| <b>Figure I.2.</b> Nodule de nickel pur (99,9 %), raffiné par électrolyse, à côté d'un cube d'1 cm <sup>3</sup> .... | 06 |
| <b>Figure I.3.</b> Usine de nickel en Nouvelle-Calédonie.....  | 09 |
| <b>Figure I.4.</b> Unités de stabilisation et solidification des déchets.....  | 15 |
| <b>Figure. I.5.</b> Description des étapes de fabrication du ciment Portland. ....                                   | 18 |
| <b>Figure. I.6.</b> Schéma synoptique du processus de fabrication du ciment.....                                     | 19 |
| <b>Figure. I.7.</b> Les méthodes de fabrication de ciment.....   | 21 |
| <b>Figure I.8.</b> Constituants des mortiers.....  | 24 |
| <b>Figure II.1.</b> Courbe granulométrique par tamisage .....  | 30 |
| <b>Figure II.2.</b> Courbe granulométrique des granulats .....   | 32 |
| <b>Figure II.3.</b> Malaxeur de laboratoire.....   | 34 |
| <b>Figure II.4.</b> Moule en acier.....  | 34 |
| <b>Figure II.5.</b> Les matrices cimentaires préparés.....   | 34 |
| <b>Figure II.6.</b> Essai de la rupture par flexion .....  | 35 |
| <b>Figure II.7.</b> Essai de la rupture par compression.....   | 36 |
| <b>Figure II.8.</b> Concasseur a mâchoire.....   | 37 |
| <b>Figure II.9.</b> Broyeur a boule.....   | 37 |
| <b>Figure II.10.</b> Broyeur manuel.....   | 37 |
| <b>Figure II.11.</b> Tamiseur.....   | 38 |
| <b>Figure II.12.</b> Homogénéisation et Quartage.....  | 38 |
| <b>Figure II.13.</b> Schéma de la diffraction de rayon X.....  | 41 |
| <b>Figure II.14.</b> L'appareil XRF.....   | 42 |
| <b>Figure II.15.</b> Principe fonctionnement de système ATD.....   | 43 |
| <b>Figure II.16.</b> Représentation schématique d'une ATG.....   | 44 |
| <b>Figure II.17.</b> Procédé du test de lixiviation sur bloc monolithique.....                                       | 45 |

# Introduction générale



## **Introduction générale**

Les produits chimiques sont omniprésents dans notre vie quotidienne. Ils ont permis d'améliorer considérablement les conditions de vie des populations, mais certains d'entre eux peuvent présenter des dangers (déchets), immédiats ou différés, sur la santé humaine et l'environnement. Une fois dispersé dans l'environnement, ces produits chimiques peuvent se déplacer et s'accumuler dans les tissus graisseux humains et animaux, ainsi que dans l'eau et le sol, et se révéler toxiques pour l'homme, la faune et la flore et cela sur de longues périodes de temps.

On se trouve donc devant la nécessité de se tourner vers des filières de traitement.

Pour les déchets industriels spéciaux minéraux, la filière la plus utilisée à ce jour est la stabilisation/solidification (S/S) à l'aide des liants hydrauliques. Ces déchets S/S peuvent représenter une source de pollution dans le milieu de stockage ou de valorisation. La pollution est provoquée par l'émission de polluants contenus dans les déchets S/S lors du contact avec différents milieux (l'eau).

Le procédé de Stabilisation/Solidification par liants hydrauliques est une méthode de solidification et de stockage de déchet, plus particulièrement des déchets qui sont dangereux ou potentiellement toxiques pour l'homme et l'environnement naturel. Ces dernières années on a prêté beaucoup attention au problème posé par le stockage à long terme de déchets, en particulier des déchets toxiques, radioactifs ou non-compatibles avec l'environnement naturel. Ces déchets sont des produits dérivés des industries minières, chimiques, pétrolières, atomiques, et aussi d'autres activités, comme les déchets urbains.

Dans le cadre de cette invention, le terme stabilisation d'un déchet signifie que les éléments toxiques contenus dans ce déchet ont été transformés en une forme chimique qui est devenue stable et résistante au lessivage par les eaux naturelles. Le terme solidification du déchet désigne la transformation d'un déchet liquide, pâteux, semi-solide, solide, en une masse monolithique dure et mécaniquement résistante.

On utilise ainsi couramment le ciment Portland et d'autres liants inorganiques conventionnels pour solidifier certains déchets toxiques et dangereux, plus particulièrement les déchets liquides radioactifs, qui ne peuvent être légalement transportés sans avoir été tout d'abord solidifiés. Il faut cependant savoir que ces techniques de solidification furent mises au point essentiellement pour pouvoir transporter, avec plus de sécurité, ces produits dangereux, elles n'ont pas pour but de conférer une stabilité dans le temps au produit ainsi solidifié.

L'objectif de ce présent travail est de comprendre le comportement des déchets à base du nickel, stabilisés/solidifiés soumis à des milieux chimiquement agressifs afin de prédire la pérennité du confinement des déchets.

Pour mener à bien cette thématique, nous avons effectué, au premier lieu, une recherche bibliographique sur les ciments, les déchets et sur les procédés de stabilisation et solidification avec liants hydrauliques. Ensuite, nous avons présenter les différents protocoles expérimentaux nécessaires pour la réalisation des différents tests, à la caractérisation des matériaux et aux différentes analyses physicochimiques.

La dernière partie est consacrée à la revue de la littérature des résultats des travaux de recherche dans le domaine de la satabilisation / solidification.

On terminera, cette étude, par une conclusion générale dans laquelle on évoquera les résultats obtenus et les perspectives nouvelles.

CHAPITRE I

REVUES

BIBLIOGRAPHIQUES

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ

**CHAPITRE I**  
**ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

**I.1 Introduction**

Dans ce présent chapitre on traitera une recherche bibliographique sur les différents types de déchets ainsi que leurs classifications, sur les métaux lourds et on parlera sur la technique de stabilisation et solidification des déchets par des liants hydrauliques tel que les ciments, les bétons et les mortiers notre déchet a étudié est le Nickel. Enfin on conclura par les avantages de la stabilisation et solidification aux liants hydrauliques.

**I.2.Généralités sur les déchets****I.2.1. Définition du déchet**

La réglementation Algérienne de 08 Février 1983 relative à la protection de l'environnement-loi 83-03, définit un déchet comme étant : " Tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, matériau, produit ou plus généralement tout bien meuble abandonné ou que son détenteur destine à l'abandon "[01]. Selon la loi N°01-19 du 12-12-2001 relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets, retient la définition précédente en ajoutant la notion d'obligation : "Tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, et plus généralement toute substance, ou produit et tout bien meuble dont le propriétaire ou le détenteur se défait, projette de se défaire, ou dont il a l'obligation de se défaire ou de l'éliminer » [01]

**I.2.2. Classification des déchets****I.2.2.1. Déchets solides urbains**

Rushbrook et Pugh ont précisé que le terme déchet solide peut se référer au déchet municipal qui contient sept catégories : résidentiel (ménager ou déchets domestiques), commercial, institutionnel, déchets de nettoyage des voies publiques, déchets de construction et de démolition, déchets hospitaliers, déchets industriels. [02]

**I.2.2.2. Déchets ménagers et assimilés**

Le terme de Déchets Ménagers et Assimilés (DMA) englobe les Ordures Ménagères (OM) qui sont issues de l'activité domestique des ménages ainsi que les déchets provenant des industries, artisans, commerçants, écoles, services publics, hôpitaux ou encore les services tertiaires qui sont collectés dans les mêmes conditions que les OM. [03]

### **I.2.2.3. Déchets agricoles**

Déchet agricole désigne un déchet qui provient de l'agriculture, de la sylviculture et de l'élevage, constitué de déchets organiques (résidus des récoltes, déjections animales) et de déchets dangereux (produits phytosanitaires non utilisés, emballages vides ayant contenus des produits phytosanitaires, ...). [04]

### **I.2.2.4. Déchets radioactifs**

Toute substance radioactive dont l'activité est telle que son rejet et sa dispersion dans l'environnement ne sont pas autorisés et pour laquelle aucun usage n'est envisagé. Les déchets radioactifs sont constitués d'isotopes qui peuvent être instables et se transmuter spontanément en d'autres atomes avec émission d'énergie et de rayonnements :

- Rayonnement alpha : peu pénétrant, stoppé avec une feuille de papier.
- Rayonnement bêta : plus pénétrant, stoppé avec une feuille d'aluminium.
- Rayonnement gamma : très pénétrant, stoppé par plusieurs centimètres de béton ou de plomb. [05]

### **I.2.2.5. Déchets industriels banals (DIB) ou déchets non dangereux**

Ils sont issus d'activités commerciales, artisanales, industrielles ou de service. Ils regroupent principalement les plastiques, les papiers-cartons, les textiles, le bois non traité, les métaux, les verres et matières organiques. Ils peuvent être éliminés avec les ordures ménagères ou dans des installations spécifiques, car rien ne contraint les municipalités à accepter de traiter les DIB produits dans la commune. Les DIB se définissent comme non inertes et par opposition aux déchets industriels spéciaux (DIS) ne présentent pas le caractère toxique. [06]

### **I.2.2.6. Déchets industriels spéciaux**

Ils regroupent les déchets dangereux autres que les déchets dangereux des ménages et les déchets d'activité de soins à risques infectieux. Les substances présentent l'une des propriétés de danger. [06]

### **I.2.2.7. Déchets hospitaliers**

Ce sont des déchets spécifiques des activités de diagnostic, de suivi et de traitement préventif, curatif ou palliatif, dans les domaines de la médecine humaines et vétérinaires, ainsi que des activités de recherche et d'enseignement associées, de production industrielle et de thanatopraxie. [06]

#### **I.2.2.8. Déchets inertes**

Les déchets inertes ne subissent aucune modification physique, chimique ou biologique importante. Ils ne se décomposent pas, ne brûlent pas et ne produisent aucune autres réaction physique ou chimique, ne sont pas biodégradables et ne détériorent pas d'autres métiers avec lesquelles ils entrent en contact, d'une manière susceptibles nuire à la santé humaine. [06]

#### **I.2.2.9. Déchets fermentescibles**

Ils sont constitués de matières organiques biodégradables : toutes de gazon, épluchures de fruits et légumes, déchets de viande, de charcuterie, les papiers et cartons, le bois et les textiles naturels. Les matières plastiques, bien que se décomposant à long terme, en sont exclues. [06]

#### **I.2.2.10. Déchets ultimes**

Les opérations de traitement des déchets produisent de nouveaux déchets : les déchets de déchets on quelque sorte. Ceux-ci seront traités et fourniront encore des déchets. Il arrive un moment ou l'opération ne devient plus rentable et l'on obtient le déchet ultime. [16]

#### **I.2.2.11. Les boues**

Les boues se situent à la frontière des domaines respectifs des déchets solides et des eaux résiduaires. On les assimile généralement à des déchets solides. Ce sont des mélanges de solide et de liquide (l'eau dans la plupart des cas), dont la fraction solide est constituée de fines particules (de micromètres à quelques millimètres). [06]

#### **I.2.2.12. Déchets spatiaux**

Les déchets orbitaux des satellites se meuvent à grande vitesse et sont en mesure d'endommager ou de mettre en péril des satellites actifs, en particulier les satellites habités.

Le traitement de cette forme de déchets consiste à les localiser et à prévoir leur trajectoire.

Des logiciels ont été mis au point on ce sens par le Dr Holger Krag de l'université de Brunswick : la modélisation s'appuie sur des mesures radars et télescopes et des calculs de distribution de déchets sur orbite. [06]

### **I.2.3. Les risques liés aux déchets**

A l'origine, ils préviennent de la consommation domestique, de l'activité professionnelle ou de la production agricole et industrielle, les déchets sont à la fois un risque et une ressource. Éliminés sans précautions, ils risquent non seulement de dégrader les paysages, mais aussi de polluer l'environnement et d'exposer l'homme à des nuisances et des dangers dont certains peuvent être très graves. [07]

Selon leurs propriétés, les déchets présentent un risque pour la santé. Selon LEROY les déchets peuvent présenter plusieurs dangers. [08]

Ils sont qualifiés de dangereux quand ils peuvent porter une atteinte directe à la santé de l'homme du fait qu'ils possèdent une ou plusieurs des caractéristiques suivantes : irritants, nocifs, toxiques, cancérigènes, infectieux, inflammables, mutagènes... [07]

Les déchets des ménages vont encore alimenter les dépôts sauvages, ainsi que les décharges brutes établies et exploitées sans autorisation administrative avec l'accord du propriétaire du terrain, ces lieux sont la source de nuisances esthétiques et visuelles, et participent à la dégradation de nos paysages, avec toutes les conséquences que cela peut entraîner au niveau du tourisme et de la mise en valeur du patrimoine. [07]

Cependant les atteintes à la propreté des villes restent perçues de manière très aigue par les habitants. En fait, la population, malgré un comportement parfois négligeant tient à la propreté des rues et des espaces publics et se montre reconnaissante des efforts réalisés dans ce domaine par la commune. [07]

La production de déchets pose de sérieux problèmes d'élimination compte tenu des quantités en cause et de la toxicité de certains d'entre eux, source de risque pour l'environnement et pour les individus, elle s'accompagne aussi d'un gaspillage important de matière de devises, d'énergie et de possibilité d'emploi. [07]

### **I.3. Métaux lourds**

#### **I.3.1. Définition des métaux lourds**

Un métal est une matière, issue le plus souvent d'un minerai ou d'un autre métal, doté d'un éclat particulier, bon conducteur de chaleur et d'électricité, ayant des caractéristiques de dureté et de malléabilité, se combinant ainsi aisément avec d'autres éléments pour former des alliages utilisables dans l'industrie. On appelle en général métaux lourds les éléments métalliques naturels, métaux ou dans certains cas métalloïdes caractérisés par une masse volumique élevée, supérieure à 5 grammes par cm<sup>3</sup>. On retrouve dans certaines publications anciennes l'appellation de « métal pesant ». Quarante et un métaux correspondent à cette définition [09].

Ces éléments sont représentés dans le tableau périodique ci-dessous en figure I.1

| Bloc s        |    |                                |        |    |    |    |    |    |    |    |    | Bloc p |    |    |    |    |    |
|---------------|----|--------------------------------|--------|----|----|----|----|----|----|----|----|--------|----|----|----|----|----|
| H             |    | ■ Métaux lourds de densité > 5 |        |    |    |    |    |    |    |    |    |        |    |    |    |    | He |
| Li            | Be |                                |        |    |    |    |    |    |    |    |    | B      | C  | N  | O  | F  | Ne |
| Na            | Mg | Bloc d                         |        |    |    |    |    |    |    |    |    | Al     | Si | P  | S  | Cl | Ar |
| K             | Ca | Sc                             | Ti     | V  | Cr | Mn | Fe | Co | Ni | Cu | Zn | Ga     | Ge | As | Se | Br | Kr |
| Rb            | Sr | Y                              | Zr     | Nb | Mo | Tc | Ru | Rh | Pd | Ag | Cd | In     | Sn | Sb | Te | I  | Xe |
| Cs            | Ba | La                             | Hf     | Ta | W  | Re | Os | Ir | Pt | Au | Hg | Tl     | Pb | Bi | Po | At | Rn |
| Fr            | Ra | Ac                             | Bloc f |    |    |    |    |    |    |    |    |        |    |    |    |    |    |
| Lanthanides   |    |                                | Ce     | Pr | Nd | Pm | Sm | Eu | Gd | Tb | Dy | Ho     | Er | Tm | Yb | Lu |    |
| Transuraniens |    |                                | Th     | Pa | U  | Np | Pu | Am | Cm | Cf | Bk | Es     | Fm | Md | No | Lr |    |

**Figure I.1.** Tableau périodique des éléments illustrant les métaux lourds.

### I.3.2. Sources d'émissions des métaux lourds

#### I.3.2.1. Sources naturelles

Les métaux lourds, comme tout minerai, sont présents dans les roches, et sont diffusés avec l'érosion. Les métaux lourds en surface ne viennent cependant pas tous de la roche, puisqu'il peut y avoir cumul entre ce qui vient du sous-sol et ce qui est apporté par l'air, qui peut provenir de très loin (plomb dans les glaces des pôles). En règle générale, les métaux sont fixés dans les roches sous deux formes. Il y a d'une part, les oxydes et silicates, peu altérables en climat tempéré. Les oxydes sont libérés de la roche par érosion et transportés tels quels ils sont dans les sols et sédiments. Il y a d'autre part, les sulfures et carbonates, très altérables, qui seront attaqués chimiquement. Les métaux changeront de support. Une partie soluble sera évacuée avec l'eau, vers les sols, les sédiments ou la nappe phréatique. Une partie sera piégée dans les argiles et sédiments de ruisseau. Dans les climats tempérés, le passage des métaux lourds de la roche vers le sol s'accompagne d'une diminution des concentrations du métal dans son environnement par un mécanisme de dilution. Ces métaux lourds sont répartis sur l'ensemble de la surface du globe, Une concentration anormale d'un métal peut signifier la présence d'un gisement exploitable. Mais il existe un grand nombre d'anomalies naturelles en métaux qui n'ont pas fait l'objet d'une exploitation et qui constituent pourtant des réservoirs en métaux importants. [09]

#### I.3.2.2. Emissions industrielles

Le plomb, le mercure, le cadmium, mais également l'arsenic, le chrome, le cuivre, le nickel, le sélénium et le zinc sont les principaux métaux lourds émis dans l'atmosphère par les activités humaines; seuls les trois premiers font l'objet d'objectifs chiffrés de réduction d'émissions, d'où le choix du suivi de leurs émissions pour cet indicateur. Les métaux lourds proviennent de la combustion

du charbon, du pétrole, des ordures ménagères et de certains procédés industriels particuliers. [10]

### I.3.3. Présentation du nickel

#### I.3.3.1. Nickel

Le nickel est un élément métal de transition du bloc d, le plus léger du groupe 10. Se présentant sous la forme d'un métal blanc ou argenté, le nickel est un métal ductile. Il possède une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion et est ferromagnétique.

Déjà utilisé sous forme d'alliage trois millénaires avant J.-C., le nickel ne fut isolé qu'en 1751 par le chimiste suédois Axel Fredrik Cronstedt, et ce n'est qu'au XIXe siècle que l'on commença à l'extraire industriellement, d'abord en Norvège, puis en Nouvelle-Calédonie à la suite de la découverte par le Français Jules Garnier des importants gisements de garniérite. À la fin du siècle, la découverte des gisements de la région de Sudbury, au Canada, permit à ce pays de devenir, et de rester, le premier producteur occidental de nickel. Le premier producteur actuel est la Russie (environ 20 p. 100 du total mondial), devant l'Australie et le Canada.

Ce n'est que vers 1890 que l'on commença à introduire le nickel comme élément d'alliage dans l'acier et la fonte pour en améliorer les caractéristiques mécaniques. Au début du XXe siècle, les chercheurs de plusieurs pays découvrirent simultanément les aciers inoxydables et les aciers réfractaires ; leur production a pris depuis lors une extension considérable.



**Figure I.2.** Nodule de nickel pur (99,9 %), raffiné par électrolyse, à côté d'un cube d'1 cm<sup>3</sup>.

- **Propriétés chimiques**

Les propriétés chimiques du nickel sont illustrées dans le **tableau I.1**

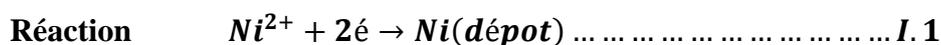
**Tableau I.1** Les propriétés chimiques du nickel.

| Désignation                     | Propriétés chimiques                 |
|---------------------------------|--------------------------------------|
| Numéro atomique                 | 28                                   |
| Masse atomique                  | 58,71 g.mol <sup>-1</sup>            |
| Electronégativité de Pauling    | 1,8                                  |
| Masse volumique                 | 8,9 g.cm <sup>-3</sup> à 20°C        |
| Température de Fusion           | 1453°C                               |
| Température d'ébullition        | 2732 °C                              |
| Rayon atomique (Van der Waal)   | 0,124 nm                             |
| Rayon ionique                   | 0,069 nm (+2) ; 0,06 nm (+3)         |
| Isotopes                        | 5                                    |
| Configuration électronique      | [Ar] 3d <sup>8</sup> 4s <sup>2</sup> |
| Energie de première ionization  | 735 kJ.mol <sup>-1</sup>             |
| Energie de deuxième ionization  | 1753 kJ.mol <sup>-1</sup>            |
| Energie de troisième ionization | 3387 kJ.mol <sup>-1</sup>            |
| Potentiel standard              | - 0,25 V                             |

### I.3.3.2. La Spéciation du Nickel [11]

La spéciation d'un élément est la distinction entre les différentes formes de liaisons possibles. Le nickel sous forme d'ions, se trouve essentiellement au degré d'oxydation + 2. Il peut se présenter au degré + 3 et très exceptionnellement au degré + 4. Au degré d'oxydation 2, le nickel donne de manière générale des composés verts, de degrés d'hydratation différents (essentiellement avec 6 ou 7 molécules d'eau). Le métal, après s'être recouvert d'une couche de passivation d'oxyde, n'est pas oxydable à froid dans l'oxygène. Il résiste bien à la corrosion par l'eau distillée et par l'eau de mer. On peut cependant constater une attaque locale par l'eau de mer stagnante. Il existe plusieurs méthodes qui permettent un dépôt de Nickel. Le Nickelage chimique et le Nickelage électrolytique. La différence majeure tient à l'apport des électrons dans le processus redox. Pour le premier, ils proviennent de l'oxydation d'un réducteur présent en solution, et pour le second ils sont apportés par un courant électrique. Nous présenterons ici le Nickelage chimique beaucoup plus accessible que le Nickelage électrochimique. Le Nickelage chimique est une technique qui permet le dépôt de Nickel par réaction électrochimique à l'interface de la pièce métallique et de la solution contenant le Nickel. Le procédé

présenté ici est celui par réduction chimique selon les réactions I.1, I.2. Les électrons nécessaires pour la réaction de réduction du Nickel en solution proviennent de l'oxydation d'un agent réducteur en solution, en l'occurrence l'Hypophosphite de Sodium :



Il existe cependant certaines réactions parasites (réactions I.3, I.4) comme la réduction des protons pour former de l'Hydrogène qui change le bilan global de la réaction redox du dépôt. Nous obtenons finalement :



En effet il existe une réaction parasite de formation de Phosphore à savoir :



### I.3.3.3. Utilisation du Nickel

Le nickel est un métal pas très connu car il est rarement utilisé pur, pourtant il est indispensable à notre vie.

Le nickel est utilisé pour :

- Fabriquer des équipements ménagers, des appareils électroménagers, du matériel pharmaceutique et chirurgical car, vu qu'il ne rouille pas, il est plus pratique !
- Construire des bâtiments, des constructions. L'usage de l'inox est ici retenu pour ses propriétés esthétiques, son faible coût d'entretien et sa durée de vie.
- Elaborer toutes sortes de moyens de transport (carrosserie de train...).
- Faire des revêtements de métal pur. Il procure alors un aspect brillant et a une bonne résistance (revêtement de robinet...).
- Faire des batteries rechargeables de téléphones, d'ordinateurs portables, d'automobiles électriques...
- Fabriquer les pièces de monnaies dans de nombreux pays (ce qui était le cas du franc français).

La Nouvelle-Calédonie est une grande productrice de nickel. Elle produit 25% du nickel mondial.



**Figure I.3.** Usine de nickel en Nouvelle-Calédonie.

#### **I.3.3.4. Risque du Nickel**

##### **I.3.3.4.1. Impact sur la santé de l'être humain [12]**

Le nickel est un composé qui est présent dans l'environnement qu'à des concentrations très faibles. L'homme utilise le nickel pour différentes applications, la plus commune est l'utilisation du nickel comme composants de l'acier ou d'autres produits métalliques. On peut le trouver dans des produits à base de métaux comme les bijoux.

Les aliments contiennent naturellement de petites quantités de nickel. Le chocolat et les graisses sont connus pour en contenir des quantités importantes. Notre consommation de nickel augmente lorsqu'on mange de grandes quantités de légumes provenant de sols contaminés. En effet, on sait que les plantes assimilent le nickel. Les fumeurs ont des poumons qui voient passer plus de nickel que les non-fumeurs. Enfin, on peut trouver le nickel dans les détergents.

L'homme peut être exposé au nickel en respirant, en buvant de l'eau, en consommant des aliments ou en fumant des cigarettes. Le contact de la peau avec des sols ou de l'eau contaminés par du nickel peut être une forme d'exposition au nickel. En petites quantités, le nickel est essentiel mais, quand l'absorption est trop importante il peut présenter un risque pour la santé.

L'absorption de quantités trop importantes de Nickel peut avoir les conséquences suivantes :

- Plus de risque de développer un cancer des poumons, du larynx et de la prostate,
- Nausées, vomissements et vertige après une exposition au gaz,
- Embolies pulmonaires,
- Echec respiratoire,
- Echec de naissance,
- Asthme et bronchite chronique,
- Réactions allergiques telles que des éruptions cutanées (principalement avec les bijoux),
- Problèmes cardiaques.

#### **I.3.4.3.2. Impact sur l'environnement**

Le nickel est relâché dans l'air par les centrales et les incinérateurs de déchets. Ensuite, il se dépose sur les sols ou retombe après réaction avec l'eau de pluie. Il faut en général un certain temps pour éliminer le nickel de l'air. Le nickel peut aussi finir dans les eaux de surfaces quand il est présent dans les eaux usées.

La part la plus importante du nickel relâché dans l'environnement est adsorbée par les sédiments et les particules du sol et devient par conséquent immobile. Cependant, dans les sols acides, le nickel devient plus mobile et il peut rejoindre les eaux souterraines.

Il n'y a pas beaucoup d'informations disponibles sur les effets du nickel sur les organismes autres qu'humains. On sait que de hautes concentrations en nickel dans des sols sablonneux peuvent endommager les plantes et, de hautes concentrations en nickel dans les eaux de surface peuvent diminuer le taux de croissance des algues. Les micro-organismes peuvent aussi souffrir d'une diminution de croissance due à la présence de nickel mais, en général, après un certain temps, il développe une résistance au nickel.

Pour les animaux, le nickel est un aliment essentiel en petite quantité, mais il peut être dangereux lorsqu'on dépasse les quantités maximales tolérées. Il peut provoquer alors différents types de cancer à différents endroits du corps, et ce principalement chez les animaux vivant près des raffineries.[12]

#### I.4. Stabilisation /Solidification des déchets

- **Stabilisation :**

C'est le procédé qui permet de réduire le potentiel dangereux et la lixivabilité des matériaux en convertissant ces polluants sous des formes moins solubles, mobiles ou toxiques (composés retenues par des mécanismes d'adsorption ou d'échange d'ions). Cette rétention chimique de polluants se produit grâce à la formation de liaisons chimiques entre les polluants et les composés de la matrice cimentaire. La notion de stabilisation est souvent associée à la notion de solidification ; on parle alors de stabilisation/solidification.

- **La solidification :**

Permet de transformer un matériau en un monolithe solide ayant une bonne intégrité physique et structurellement homogène.

La solidification n'implique pas forcément un déroulement d'une réaction chimique entre le déchet et l'agent de solidification ; cela peut être un piégeage mécanique du déchet dans le solide.

##### I.4.1. Principe des procédés de solidification et stabilisation [13]

Les traitements de stabilisation/solidification ont pour but d'améliorer la rétention des polluants et de conférer au matériau obtenu un certain niveau de durabilité structurale. Leur objectif n'est donc pas de réaliser un simple enrobage du matériau contaminé dans une matrice inerte, mais un processus physico-chimique complexe pour obtenir la stabilisation et la solidification des polluants.

Les procédés les plus généralement étudiés par INERTEC sont des procédés à base de liants hydrauliques, en raison de leur facilité de mise en œuvre (procédé à froid, sans émission gazeuse, ni rejet liquide) et leur adaptabilité à la variabilité des déchets.

##### I.4.2. Description

Le processus de solidification se réfère à l'amélioration des caractéristiques physiques du produit final. Tandis que la stabilisation se rapporte au ' piégeage ' physique et chimique des éléments toxiques, notamment les métaux lourds, et à la réduction de leur mobilité, et ce grâce à la matrice solide formée par solidification. L'ensemble du processus de solidification et stabilisation est obtenu grâce à hydratation des constituants du ciment. la pate résultant du mélange du ciment anhydre (avec éventuels ajouts) et de l'eau de gâchage issue du produit à traiter ou volontairement rajouter, vont faire prise et durcir. L'objectif global de la solidification et stabilisation est obtenir de meilleurs

caractéristiques physico mécaniques, un taux d'immobilisation de la contamination élevée, avec des dosages en ciment (liant le plus utilisé dans la technique de solidification et stabilisation).[14]

### I.4.3. Objectif de la solidification et stabilisation

Les procédés de stabilisation/solidification doivent donc répondre aux objectifs suivants :

- Transformer le déchet en un solide plus facile à transporter et à stocker,
- Diminuer la surface d'exposition à l'environnement des contaminants,
- Limiter la solubilité des contaminants en cas de contact avec un fluide lixiviant.

Ils excluent le simple « lavage » destiné à entraîner suffisamment les contaminants pour rendre le déchet « stable », dans le cas de déchets présentant initialement un caractère solide. En effet, dans ce cas il n'est plus question de traitement de déchet mais de transfert de contaminants dans la phase lixiviante.

Un matériau liant est utilisé pour atteindre les objectifs de stabilisation/solidification. La matrice liante permet, outre la solidification, la réduction de la surface de contact entre le déchet et l'environnement. Elle agit ainsi comme élément de stabilisation du déchet dans la mesure où, en réduisant l'interface déchet-environnement, elle réduit la mobilité de ses contaminants. Cependant le terme de stabilisation est plus souvent retenu pour les matrices qui interagissent chimiquement avec le déchet en immobilisant les polluants.[15]

### I.4.4. Les procédés de stabilisation solidification [15]

Il existe différentes techniques de stabilisation et /ou solidification, faisant appel à différent liant ou réactifs, pouvant impliquer des conditions techniques spécifiques pour leur mise en œuvre. La plus courante est celle qui utilise des liants hydrauliques.

On distingue généralement trois types des procédés :

**A. Les procédés à haute température** (1200 à 1500°C) qui reposent sur une fusion du déchet, en présence éventuellement d'additifs, et aboutissant à un matériau vitreux et/ou cristallin selon les conditions opératoire (température de refroidissement, composition chimique...).

**B. Les procédés à basse température** (110 à 250°C) qui reposent sur le mélange de déchets avec des liant thermoplastiques afin d'aboutir à un enrobage des déchets dans une matrice imperméable.

**C. Les procédés à froid** qui reposent sur le mélange de déchets avec des liants hydrauliques aux minéraux et aboutir, selon les réactifs utilisés, à une S/S.

En plus de ces trois grandes familles, il existe des procédés mixtes pour certains types de déchets :

- **Lavage/extraction** : suivi ou non d'une étape de stabilisation avec des liants hydraulique, pour les déchets à fortes teneurs en sels solubles.
- **Procédés thermiques à température intermédiaire (environ 600°C)** : pour permettre la formation de composés stables avec les additifs utilisés (par exp : phosphates...) ; précédés éventuellement par une étape de lavage/extraction, pour les déchets à fortes teneur en sels solubles en particulier.
- **Procédés physico-chimiques de séparation** : des différents constituants d'un déchet, et stabilisation, par l'un ou l'autre des types de procédés précédents, de la part non valorisable des résidus. Ces différents procédés sont généralement couverts par des brevets et/ou protégés par une confidentialité plus au moins importante sur les réactifs utilisé et les méthodes de mise en œuvre.

Les fonctions dans ces différentes familles varient selon la nature des polluants, des réactifs utilisés, et des conditions précises de mise en œuvre : des procédés de la même famille peuvent avoir une fonction prédominante vers une solidification ou vers une fixation chimique des polluants. Nous pouvons néanmoins les classer de la façon suivante :

- Procédés haut température : solidification, fixation chimique [16],
- Procédés basse température (thermoplastique, thermodurcissables) : solidification [16],
- Procédés liant hydraulique /liant minéraux : solidification, fixation chimique [16,17],
- Procédés mixtes : fixation chimique/ou solidification.

Le choix du procédé dépend avant tout des caractéristiques initiales du déchet considéré et des conditions techno-économiques d'élimination ou d'utilisation du déchet traité. Différents points doivent faire l'objet d'une attention toute particulière :

- Objectif de traitement qui peut impliquer une solidification et/ou une fixation chimique des polluants : réglementations spécifiques liées à l'élimination ou l'utilisation, conditions en œuvre (caractéristique géotechnique...) éco- compatibilité avec le milieu environnant (impact physico-chimique et écotoxicologique), différent selon les conditions de dépôt ou d'utilisation.
- Variation de volume ou de masse, engendrée par le procédé.
- Sensibilité et adaptabilité du procédé (réactifs, condition opératoires...) à la variabilité des déchets, plus ou moins importants, mais toujours réelle.
- Complémentarités avec les procédés générateurs du procédé ou avec d'autres installations voisines

(par exemple : traitement des eaux, énergie...).

- Production ou non des déchets secondaires (saumures de lavage, rejet gazeux...) et conditions technico-économiques de leur élimination.

Tous les procédés ne sont en outre pas aux mêmes stades de développement, avec des procédés utilisés pour le traitement de milliers de laboratoires de recherche.

L'ADEME, qui travaille notamment sur toutes les problématiques technico-économiques de gestion des déchets, liste notamment les principaux acteurs industriels et leurs procédés. [15]

Le Développement puis l'utilisation de nouveaux procédés sont fortement liés aux évolutions réglementaires. Actuellement en France, compte tenu de la réglementation sur les déchets industriels spéciaux et du coût des différentes techniques, les procédés les plus utilisés sont les procédés à froid, à base de liant hydrauliques ou minéraux.[15]

## **I.5. Déchets à stabiliser/solidifier**

### **I.5.1. Catégories des déchets**

Les déchets ultimes à stabiliser/solidifier sont classés par la législation française en deux catégories correspondant à deux échéances. Les catégories A et B regroupent des déchets ultimes pour lesquels la stabilité constitue un critère d'acceptabilité en centre de stockage respectivement à partir du 30 mars 1995 et du 30 mars 1998. Ces catégories sont

➤ **Déchets de la catégorie A (30 mars 1995) :** Résidus de l'incinération (suies, cendres), Résidus de la métallurgie (poussières, boues d'usinage), Résidus de forage (suite à l'emploi de fluides rage à base d'hydrocarbures), Déchet minéraux de traitement chimique (oxydes et sels métalliques, sels minéraux).[18]

➤ **Déchets de la catégorie B (30 mars 1998) :** Résidus de traitement d'effluents et d'eaux tiré des déchets ou des sols pollués (résines échangeuses d'ions), résidus de l'incinération (mâchefers), résidus de peintures, résidus de la métallurgie.[18]



**Figure I.4.**Unités de stabilisation et solidification des déchets

### **I.5.2. Caractérisations des déchets stabilisés/solidifiés**

Il existe deux niveaux de caractérisation. Le premier concerne la vérification de la conformité du déchet stabilisé/solidifié avec les critères d'admission en centre de stockage. Il s'agit d'un contrôle réglementaire. Le second concerne une étude approfondie des phénomènes de solidification et surtout de stabilisation au sein du déchet stabilisé/solidifié.

Cette étude, destinée à appréhender le comportement du déchet stabilisé à long terme, doit permettre de définir les performances de la stabilisation et de fixer ses limites. Elle doit aussi fournir des éléments de réflexion relatifs aux devenir possibles des déchets stabilisés/solidifiés, dans la perspective non plus du stockage mais de la réutilisation, en tant que matériaux de construction par exemple [19]

### **I.5.3. Déchets admis et interdits [20]**

#### **Admis :**

- Déchets dangereux
- Déchets satisfaisant les critères d'admission

#### **Interdits :**

- Déchets ne satisfaisant pas les critères d'admission Déchets radioactifs
- Déchets contenant plus de 50 mg/kg de PCB (polychlorobiphényles) déchets liquide, ou dont la siccité < 30%
- Déchets qui, dans les conditions de mise en décharge, sont explosibles, corrosifs, comburants, facilement inflammables ou inflammables
- Déchets chaud ( $T^{\circ} > 60^{\circ}\text{C}$ ) Déchets non pelletable

- Déchets pulvérulent non préalablement conditionné ou traité pour prévenir toute dispersion
- Déchets fermentescibles
- Déchets à risque infectieux.

#### I.5.4. Condition d'admission

Critères d'admission des déchets dangereux sont présentés dans le tableau suivant

**Tableau I.2.** Critères d'admission des déchets ultimes [21]

| caractéristique         | Critère d'acceptation |
|-------------------------|-----------------------|
| <b>PH</b>               | Compris entre 4 et 13 |
| <b>Fraction soluble</b> | <10%                  |
| <b>DCO</b>              | <2000 mg /kg          |
| <b>Phenols</b>          | < 100 mg/kg           |
| <b>Cr<sup>+6</sup></b>  | <5mg/kg               |
| <b>Cr</b>               | <50 mg /kg            |
| <b>Pb</b>               | <50 mg /kg            |
| <b>Zn</b>               | <250 mg /kg           |
| <b>Cd</b>               | <25 mg /kg            |
| <b>CN</b>               | <5 mg /kg             |
| <b>Ni</b>               | <50 mg /kg            |
| <b>As</b>               | <10 mg /kg            |
| <b>Siccité</b>          | sup 35 mg /kg         |
| <b>Hg</b>               | <5 mg /kg             |

#### I.6. Stabilisation/solidification par des liants hydrauliques

La stabilisation-solidification des déchets peut être obtenue par l'ajout d'un ciment ou d'un mélange de réactifs ayant des propriétés pouzzolaniques (capacité de former à température ordinaire des matériaux stables par réaction avec la chaux et l'eau). Le ciment joue alors le rôle de liant hydraulique. Certains déchets possèdent par eux-mêmes des propriétés pouzzolaniques et sont donc susceptibles d'entrer dans la composition de ciments commerciaux (comme les laitiers de haut-fourneau ou les cendres volantes de centrales thermiques, par exemple). Ces déchets peuvent aussi intervenir dans la formulation de mélanges réactifs pour les procédés de stabilisation-solidification. Les procédés de stabilisation-solidification en exploitation visent la substitution des matières premières (ciments, eau, etc.) par des produits/résidus issus d'autres procédés (cendres, solutions polluées, etc.). Les matériaux obtenus ont des propriétés similaires mais permettent d'atteindre des bilans globaux plus favorables : réduction de consommation d'énergie, bilans de masse plus favorables, réduction d'émissions de CO<sub>2</sub>, impact environnemental réduit, etc.

### **I.6.1. Choix de la solidification et stabilisation au ciment**

Les techniques S/S éliminent le cout et risques que comportent l'enlèvement et le transport de la matière contaminée, tout en améliorant l'état physique du site et en réduisant la nécessité de remplacer la matière enlevée par du remblai en vue d'une construction ultérieure.

Dans certains cas, cette solution coûte à moitié moins que d'enlever la matière contaminée du site.

Quand la matière traitée doit être envoyée dans un site d'enfouissement, les redevances à payer peuvent être réduire.

La matière traitée par stabilisation ou solidification peut être réalisée sur place comme remblai structural, contribuant ainsi au réaménagement écologique des sites industriels et urbains.

## **I.7. Les ciments**

### **I.7.1. Définition de ciment**

Le ciment est un liant hydraulique, matière inorganique finement moulue capable de faire prise avec la présence de l'eau. Il se présente sous forme d'une poudre très fine qui est mélangée avec de l'eau, forme une pâte faisant prise et durcissant progressivement dans le temps. Ce durcissement est lié à l'hydratation de certains composés minéraux, notamment des silicates et des aluminates de calcium.

Les ciments sont constitués de petits grains individuels de différentes matières, mais ils doivent être statistiquement homogènes en composition. Un haut degré de régularité dans toutes les propriétés du ciment est obtenu par un procédé continu de production en masse et, en particulier, par des procédés convenables de broyage et d'homogénéisation. [22]

### **I.7.2. Fabrication du ciment [23]**

1. Entreposage des matières premières,
2. Homogénéisation,
3. Préchauffage et pré-calcination,
4. Four rotatif,
5. Entreposage du clinker,
6. Additifs (gypse, cendres volantes, etc...),
7. Mouture du ciment,

## 8. Entreposage en vrac et chargement [22].

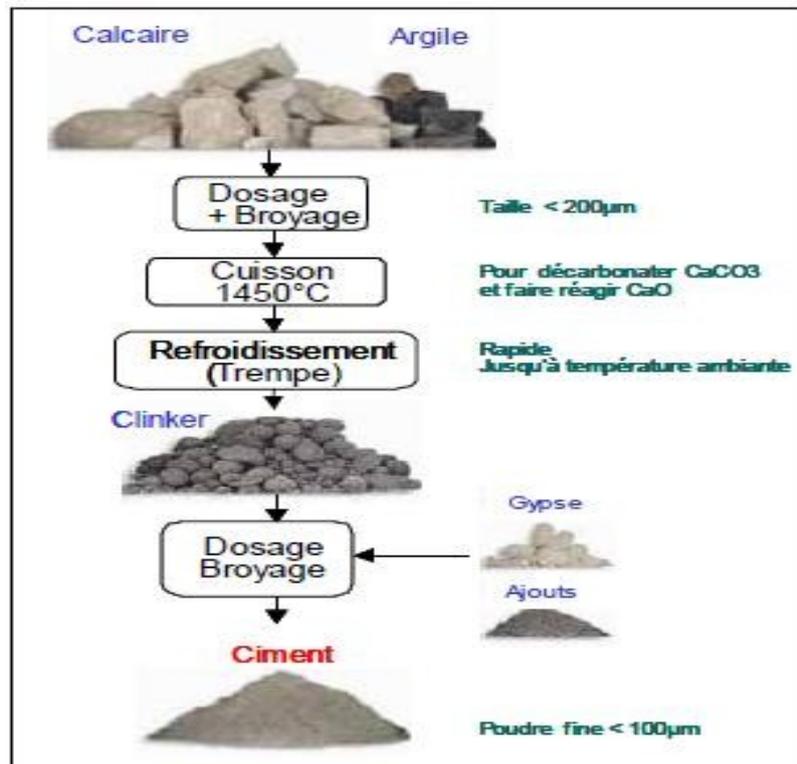


Figure. I.5. Description des étapes de fabrication du ciment Portland [24].

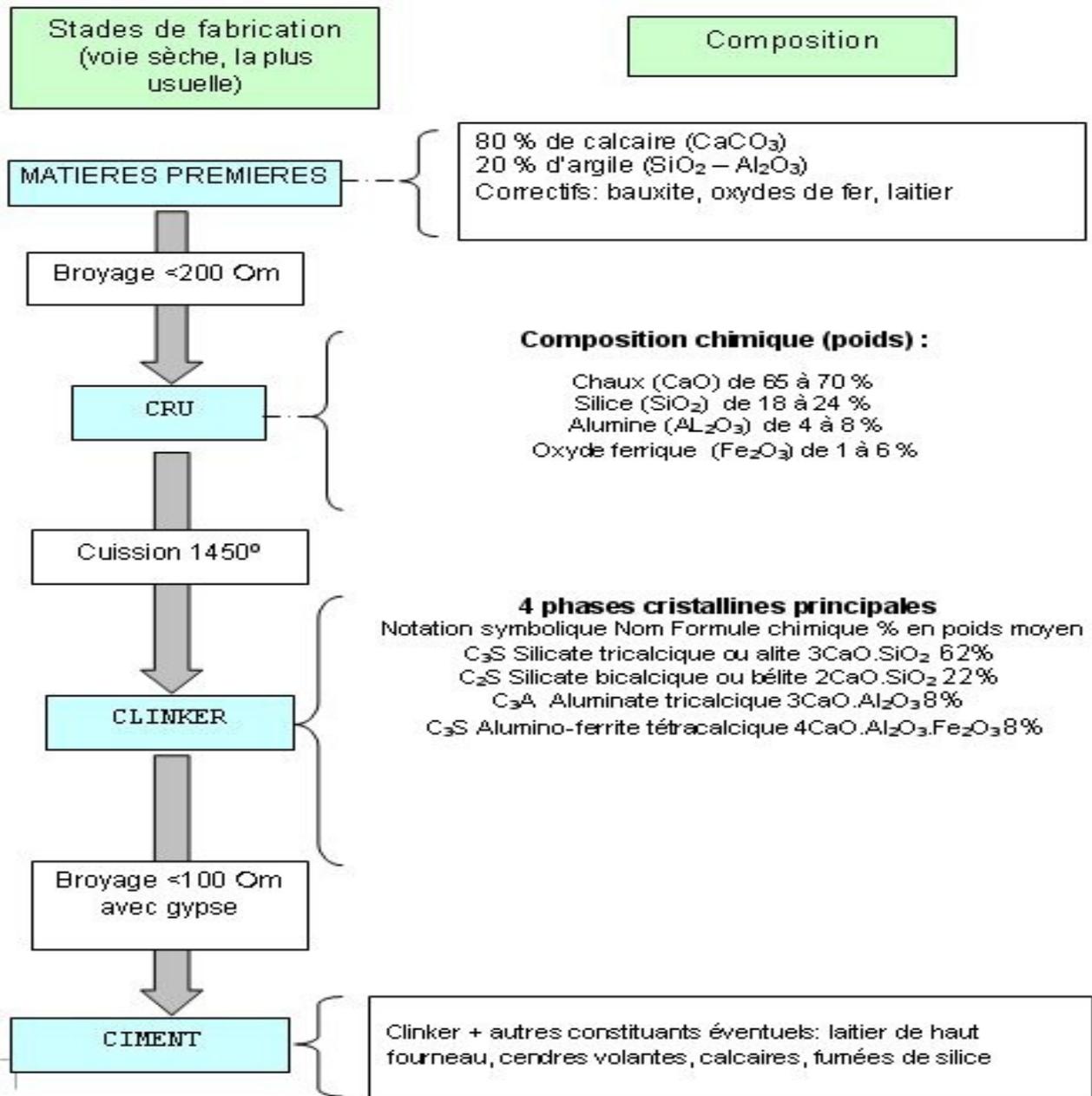


Figure. I.6. Schéma synoptique du processus de fabrication du ciment [25]

### I.7.3. Les ciments courants

On obtient les différents types de ciments définis par la norme des ciments (NF EN 197-1).

Le tableau I.3. présente les cinq types de ciments courants normalisés.

Tableau I.3. Différents types de ciments selon la norme NF EN 197-1 [26]

| Désignation | Types de ciments                   | Teneur en clinker | Teneur en % de l'un des constituants suivant : laitiers, schistes, pouzzolanes, cendres, calcaires et fumées de silice  | Teneur en constituants secondaires |
|-------------|------------------------------------|-------------------|---|------------------------------------|
| CEM I       | Ciment Portland Artificiel         | 95 à 100%         |   | 0 à 5%                             |
| CEM II/A    | Ciment Portland composé            | 80 à 94%          | - de 6 à 20 % de l'un quelconque des constituants sauf dans le cas où le constituant est des fumées de silices auquel cas la proportion est limitée à 10% (*) ; | 0 à 5%                             |
| CEM II/B    |                                    | 65 à 79%          | - de 21 à 35 % avec les mêmes restrictions que ci-dessus (*).   | 0 à 5%                             |
| CEM III/A   | Ciment de hauts fourneaux          | 35 à 64%          | - de 36 à 65% de laitier de hauts fourneaux   | 0 à 5%                             |
| CEM III/B   |                                    | 20 à 35%          | - de 66 à 80% de laitier de hauts fourneaux   | 0 à 5%                             |
| CEM III/C   |                                    | 5 à 19%           | - de 81 à 95% de laitier de hauts fourneaux   | 0 à 5%                             |
| CEM IV/A    | Ciment pouzzolanique               | 65 à 90%          | - de 10 à 35% de pouzzolanes, cendres siliceuses ou fumées de silice, ces dernières étant limitées à 10%  | 0 à 5%                             |
| CEM IV/B    |                                    | 45 à 64%          | - de 36 à 55% comme ci-dessus   | 0 à 5%                             |
| CEM V/A     | Ciment aux laitiers et aux cendres | 40 à 64%          | - de 18 à 30% de laitier de haut fourneau et 18 à 30% de cendre siliceuses ou de pouzzolanes  | 0 à 5%                             |
| CEM V/B     |                                    | 20 à 39%          | - de 31 à 50% de chacun des 2 constituants comme ci-dessus  | 0 à 5%                             |

(\*) Le pourcentage de fillers est limité à 5%.

### I.7.3.1. Le ciment portland artificiel (CEM I)

C'est le produit résultant de la mouture de clinker, obtenu par la cuisson, dans des conditions de durée et de températures suffisantes, d'un mélange soigneusement homogénéisé et dosé, dont les principaux constituants sont : La silice, l'alumine, l'oxyde de fer et la chaux.[27]

#### •Composition chimique du clinker :

De fait, la chimie des ciments est essentiellement une chimie des oxydes, et c'est ce qui justifie les conventions d'écriture qui lui sont propres. (Tableau I.2) [28]

Tableau I.4: Exemple de composition chimique d'un clinker [28].

| Oxydes                         | Notation | Pourcentage | Marge d'erreur |
|--------------------------------|----------|-------------|----------------|
| Perte au feu                   | -        | 1,08        | ± 0,05         |
| SiO <sub>2</sub>               | S        | 21,1        | ± 0,1          |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | A        | 5,11        | ± 0,05         |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | F        | 3,31        | ± 0,05         |
| TiO <sub>2</sub>               | -        | 0,21        | ± 0,01         |
| MnO                            | -        | 0,04        | ± 0,01         |
| CaO                            | C        | 65,5        | ± 0,2          |
| MgO                            | M        | 1,31        | ± 0,03         |
| SO <sub>3</sub>                | Š        | 0,93        | ± 0,02         |
| K <sub>2</sub> O               | K        | 1,02        | ± 0,02         |
| Na <sub>2</sub> O              | N        | 0,21        | ± 0,02         |
| P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>  | -        | 0,04        | ± 0,01         |
| SrO                            | -        | 0,08        | ± 0,01         |

•La préparation du cru :

La plupart du temps, le cimentier doit mélanger deux ou plusieurs matières premières pour obtenir après cuisson un produit ayant les caractéristiques du clinker Portland naturel, c'est à-dire le plus souvent du calcaire, de l'argile ou du schiste et d'autres matières pour obtenir du clinker, on distingue 04 procédés différents qui sont représentés si dessous :

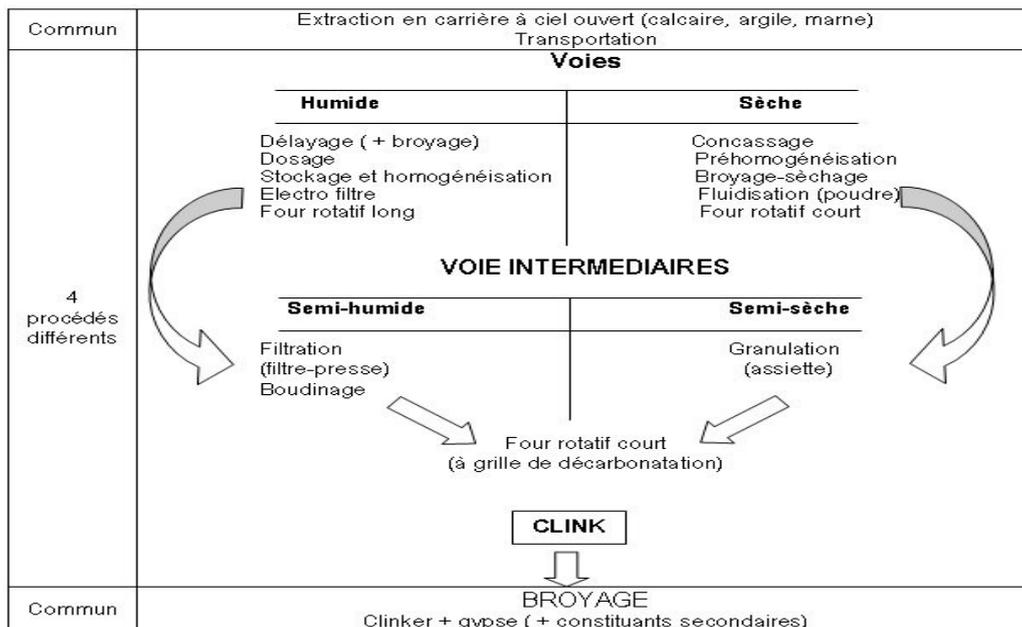


Figure. I.7. Les méthodes de fabrication de ciment. [22]

I.7.3.2. Le ciment portland composé (CEM II)

Les ciments portland composés contiennent au moins 65% de clinker, 5% de constituant secondaires, et des ajouts avec 30%. On à, par convention :

(Clinker) + (autres constituants) + (constituants secondaires) = 100.

Le ciment est le résultat du broyage d'un certain nombre de constituants qui peuvent se répartir en différentes familles :

- Le clinker Portland.
- Le régulateur de prise.
- Les additions.
- Les additions hydrauliques.
- Les additions pouzzolaniques.
- Les fillers inertes.

## **I.8. Le Béton**

### **I.8.1. Définition**

Le béton est un matériau de construction composé d'un mélange de granulats, de sable, et d'eau aggloméré par un liant hydraulique (le plus souvent du ciment) qui sert de « colle ». On y ajoute éventuellement des adjuvants et d'autres ingrédients pour modifier ses caractéristiques.

### **I.8.2. Les différents types de béton**

- Le béton armé, composé d'une armature en acier recouverte de béton.
- Le béton fibré est renforcé de fibres synthétiques ou métalliques qui renforcent sa traction ou sa tenue au feu.
- Le béton précontraint consiste à mettre en tension des câbles en acier avant la prise, ce qui va comprimer le béton une fois solidifié.
- Le béton Haute Performance (BHP), avec une plus faible porosité et une plus grande résistance à la corrosion et au gel.
- Le béton auto plaçant est plus fluide que le béton classique et présente donc l'avantage de pouvoir être coulé dans un coffrage sans vibration (technique utilisée pour éliminer les bulles d'air).

## **I.9. Les mortiers**

### **I.9.1. Définition**

Le mortier est le résultat d'un mélange de sables, d'un liant (ciment ou chaux) et d'eau dans des proportions données.

Les mortiers sont très utilisés pour des travaux de tous types, ces derniers se déclinent en divers produits, qu'ils soient de ciment, de chaux ou de résine, tous ne s'utilisent pas de la même façon. [29]

## **I.9.2. Constituants des mortiers**

### **I.9.2.1. Le liant**

On utilise des liants hydrauliques comme le ciment, c'est une matière pulvérulente à base de silicate et d'aluminate, et de la chaux. On peut utiliser :

- Les ciments normalisés.
- Les ciments spéciaux.
- Les liants à maçonner.
- Les chaux hydrauliques naturelles.
- Les chaux éteintes.

### **I.9.2.2. Le sable**

C'est un matériau minérale siliceuse granulaire constitué de petites particules provenant de la désagrégation de matériaux (des roches) ou organique (coquilles, squelettes de coraux, etc.) dont la dimension est comprise entre 0,063 mm (limon) et 2 mm (gravier). Sa composition peut révéler jusqu'à 180 minéraux différents (quartz, micas, feldspaths).

### **I.9.2.3. L'eau de gâchage**

L'eau joue un rôle important, elle sert à hydrater le ciment, elle facilite aussi la mise en œuvre du béton ou du mortier, ainsi elle contribue à son ouvrabilité. L'eau doit être propre et ne pas contenir d'impuretés nuisibles. L'eau potable convient toujours le gâchage a l'eau de mer est à éviter. Surtout pour le béton armé. Les caractéristiques des eaux requises pour la confection des mortiers et des bétons sont précisées dans la norme NA-442.les mortiers devraient contenir la quantité d'eau maximale compatible avec une ouvrabilité optimale. [30]

### **I.9.2.4.les additifs**

#### **I.9.2.4.1. Les adjuvants**

Les adjuvants sont des produits chimiques que l'on utilise dans le cas des bétons et mortiers. Ils modifient les propriétés des bétons et des mortiers auxquels ils sont ajoutés en faible proportion (5% du poids de ciment).[30]

### I.9.2.4.2. Les ajouts

Les cendres volantes, le laitier de haut fourneau granulé broyé, la fumée de silice et les pouzzolanes naturelles, telles que le schiste calciné, l'argile calcinée ou le méta kaolin sont des matériaux qui, combinés au ciment portland, contribuent aux propriétés du béton et mortiers durci par action hydraulique ou pouzzolanique ou les deux à la fois. [30]

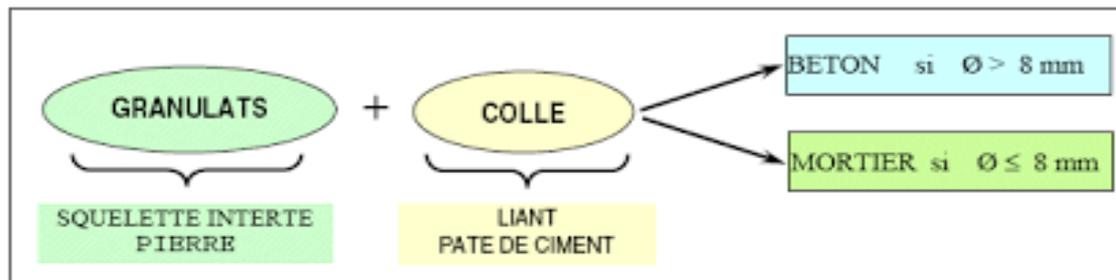


Figure I.8 : Constituants des mortiers. [08]

### I.9.3. Fabrication des mortiers

La notion de mortier désigne le mélange entre un liant (du ciment ou de la chaux) et un agrégat (du sable). Les liants utilisés sont hydrauliques, c'est-à-dire qu'ils durcissent au contact de l'eau. Pour que la réaction se fasse correctement et qu'au final le mortier puisse acquérir sa résistance, il faut respecter un certain nombre de conditions dont le principal est le dosage des composants.

Les mortiers peuvent être préparés traditionnellement sur le chantier ou livrés par une centrale. Ces derniers ont un temps d'emploi supérieur à 24h.

### I.9.4. Différents types des mortiers

#### I.9.4.1. Les mortiers fabriqués sur le chantier

C'est encore le cas très souvent pour des menus travaux ; le plus grand soin doit être apporté tant au stockage qu'au mélange des constituants qui seront choisis en fonction de l'ouvrage à réaliser : type et classe du liant, nature et granulométrie du sable, dosage en eau, nature des adjuvants. [31]

#### I.9.4.2. Les mortiers industriels secs prés mélangés

Comme la plupart des produits industriels, ces mortiers font l'objet de contrôles à tous les stades de leur élaboration, ce qui constitue pour l'utilisateur une sécurité. Les avantages présentés par ces produits sont :

- Un pré dosage de composition constante, garant de régularité et de qualité ;
- Un gain de temps pour préparer le mortier ;
- Des chantiers plus propres.

Les producteurs proposent de nombreuses formules standard répondant à la plupart des besoins.[31]

#### **I.9.4.3. Les mortiers frais retardés, stabilisés, prêts à l'emploi**

Les mortiers frais retardés et stabilisés sont élaborés et livrés par des centrales, comme le béton prêt à l'emploi. Du fait qu'ils sont retardés, ces mortiers peuvent être livrés et stockés en quantité importante sur le chantier. On peut les utiliser dans un délai allant jusqu'à 36 heures.[31]

#### **I.9.4.4. Les mortiers de fibres**

L'incorporation de fibres de verre ou de polypropylène permet d'obtenir des mortiers présentant une cohésion supérieure et moins fissurables. Ce sont soit des mortiers pré -mélangés, livrés en sac, soit des mortiers prêts à l'emploi, livrés par certaines centrales.[31]

#### **I.9.5. Classe des mortiers**

- Classe 1 : Adjuvant modifiant les caractéristiques des mortiers, bétons et coulis à l'état frais.
- Classe 2 : Adjuvant modifiant les caractéristiques des mortiers, bétons et coulis pendant la prise et le durcissement.
- Classe 3 : Adjuvant modifiant la teneur en air ou en autre gaz.
- Classe 4 : Adjuvant modifiant la résistance des mortiers, bétons et coulis.
- Classe 5 : Adjuvant améliorant la durabilité des mortiers, bétons et coulis.
- Classe 6 : Adjuvant modifiant des propriétés spéciales.

#### **I.9.6. Utilisation des mortiers**

Les mortiers sont utilisés dans :

- Les joints de maçonnerie.
- Les enduits.
- Les chapes.
- Les scellements et les calages.

**I.10. Avantage de la stabilisation et solidification au liant hydraulique –ciment [32]**

La solidification et stabilisation au ciment protège la santé de la population et l'environnement, en fixant des contaminants dangereux dans la matière traitée.

- L'efficacité du ciment comme moyen de stabilisation ou de solidification est démontrée par plus de 50 ans d'utilisation dans des projets de toutes sortes.
- Le ciment c'est produit générique, qu'on peut facilement se procurer n'importe où aux payes, en petite ou en grande quantité.
- La matière contaminée traitée au moyen de techniques S/S peut réutilisée sur place, ce qui permet d'éviter d'avoir à se procurer du remblai pour la remplacer et à payer son transport, ainsi que de réduire la demande à laquelle doivent satisfaire les sites d'enfouissement dont la capacité est limitée.
- L'utilisation du ciment peut réduire l'augmentation de volume comparativement à celle qui découle de l'emploi d'autres réactifs.

CHAPITRE II  
PROTOCOLES  
EXPERIMENTAUX  
EXЪЕКТИВЕНТАUX

**CHAPITRE II****PROTOCOLES EXPERIMENTAUX****II.1. Introduction**

Dans ce deuxième chapitre nous présentons les différents matériaux utilisés, les protocoles expérimentaux, ainsi que les techniques de caractérisation d'analyses dans le but d'évaluer ou d'étudier l'influence de l'ajout du déchet de Nickel sur le comportement des matériaux cimentaires à court et à long terme. Pour cela des différents essais, chimiques, physiques et mécaniques sont nécessaires.

**II.2. Formulation des matériaux**

Nous avons choisi dans la formulation de nos matériaux le ciment portland I comme liant hydraulique et d'autres ajouts comme déchets tel que le sable et le rejet riche en Nickel et de l'eau ionisée. Les compositions et formulations des mortiers sont dans le **tableau II.1**.

**Tableau II.1.** Formulation des matériaux réalisés.

| Ciment | Eau distillée<br>(g) | e/c | Déchet       |           |             | Total<br>(g) | Observation   |
|--------|----------------------|-----|--------------|-----------|-------------|--------------|---------------|
|        |                      |     | Sable<br>(g) | Ni<br>(g) | Taux<br>(%) |              |               |
| 450    | 225                  | 0,5 | 1350         | 0         | 0           | 2025         | 3 éprouvettes |
| 450    | 225                  | 0,5 | 1336,5       | 13,5      | 1           | 2025         | 3 éprouvettes |
| 450    | 225                  | 0,5 | 1316,25      | 33,75     | 2,5         | 2025         | 3 éprouvettes |
| 450    | 225                  | 0,5 | 1282,5       | 67,5      | 5           | 2025         | 3 éprouvettes |
| 450    | 225                  | 0,5 | 1215         | 135       | 10          | 2025         | 3 éprouvettes |

**II .2.1. Mise en œuvre de la solidification**

Lors d'une stabilisation /solidification des déchets, il est préférable de travailler avec un rapport E/C proche de 0.5 pour limiter la perméabilité par rapport au déchet.

**II.2.2. L'eau**

L'eau utilisée pour la confection des mortiers et des bétons est une eau déminéralisée, afin d'éviter l'ajout d'autres contaminants à nos formulations tels que les métaux lourds.

### II.2.3. Le ciment

La composition chimique et propriétés du ciment CEM I utilisées pour la confection des mortiers et bétons sont donnés comme suit :

**Tableau II.2:** Composition chimique du ciment I.

| Eléments                                   | Na <sub>2</sub> O | K <sub>2</sub> O | SO <sub>3</sub> | MgO  | CaO   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | SiO <sub>2</sub> | PF 975C° |
|--|-------------------|------------------|-----------------|------|-------|--------------------------------|--------------------------------|------------------|----------|
| Teneurs%                                   | 0.28              | 1.16             | 3.24            | 3.84 | 53.07 | 3.2                            | 7.24                           | 18.09            | 9.28     |
| Masse volumique = 3100 kg / m <sup>3</sup> |                   |                  |                 |      |       |                                |                                |                  |          |

### II.2.4. Le mortier

Les mortiers sont préparés à partir du ciment, de l'eau et du sable normalisée sa granulométrie est présenté dans le (**tableau II.3**).

**Tableau II.3:** Granulométrie du sable normalisé.

| Ouverture du tamis (mm) | 2.00 | 1.60  | 1.00   | 0.50   | 0.16   | 0.08   |
|-------------------------|------|-------|--------|--------|--------|--------|
| Refus cumulés           | 0    | 7 ± 5 | 33 ± 5 | 67 ± 5 | 87 ± 5 | 99 ± 1 |

Chaque gâchée pour trois éprouvettes d'essais doit comporter 450 g ( $\pm 2g$ ) ciment, 1350 g ( $\pm 5$  g) de sable normalisée et 225 g ( $\pm 1$  g) d'eau d'ionisée.

### II.2.5. Le béton

La conception d'un béton de qualité, du point de vue consistance et résistance, nécessite une détermination de sa composition, donc une analyse granulométrique sera primordiale pour l'identification des différents granulats qui constituent le béton.

#### II.2.5.1. Analyse granulométrique par tamisage

Pour la réalisation des bétons, des granulats naturels (concassés), roche massive d'origine locale extraite de la carrière d'entreprise nationale des produits miniers non ferreux et des substances utiles de la wilaya de Bejaia.

L'analyse granulométrique des granulats a été déterminée selon la norme NF p18- 560, et réalisée par voie sèche. Il est tamisé à travers une série de tamis qui correspond à chaque type de granulat.

- Série de tamis pour sables concassés 0/4 est : 8 ; 5 ; 2.5 ; 1.25 ; 0.63 ; 0.4 ; 0.16 ; 0.08 mm.
- Série de tamis pour graviers classe 3 /8 est : 3.5 ; 2 ; 2 ; 1 ; 1.5 ; 1mm
- Série de tamis pour graviers classe 8/15 est : 16 ; 12.5 ; 10 ; 8 ; 6.3 ; 5mm

Les analyses granulométriques des matériaux utilisés dans cette étude sont présentées dans ce qui suit :

**Tableau II.4 :** l'analyse granulométrique du sable 0/4mm.

| Ouverture de tamis<br>(mm) | Masse de refus<br>cumulé (g) | Masse de refus<br>cumulé % | Masse de tamisât<br>cumulé % |
|----------------------------|------------------------------|----------------------------|------------------------------|
| 8                          | 0                            | 0                          | 100                          |
| 5                          | 0                            | 0                          | 100                          |
| 2.5                        | 147                          | 7.43                       | 92.57                        |
| 1.25                       | 980                          | 49.52                      | 50.48                        |
| 0.63                       | 1505                         | 76.05                      | 23.95                        |
| 0.315                      | 1840                         | 92.98                      | 7.02                         |
| 0.16                       | 1957                         | 98.90                      | 1.10                         |
| 0.08                       | 1979                         | 100                        | 0                            |

**Tableau II.5:** l'analyse granulométrique du granulat 8/15 mn.

| Ouverture de tamis<br>(mm) | Masse de refus<br>cumulé (g) | Masse de refus<br>cumulé % | Masse de tamisât<br>cumulé % |
|----------------------------|------------------------------|----------------------------|------------------------------|
| 16                         | 35                           | 1.84                       | 98.16                        |
| 12.5                       | 214                          | 11.28                      | 88.72                        |
| 10                         | 823                          | 43.36                      | 56.64                        |
| 8                          | 1306                         | 68.81                      | 31.19                        |
| 6.3                        | 1790                         | 94.31                      | 5.69                         |
| 5                          | 1898                         | 100                        | 0                            |

Tableau II.6 : l'analyse granulométrique du granulat 15 /25 mm.

| Ouverture de tamis (mm) | Masse de refus cumulé (g) | Masse de refus cumulé % | Masse de tamisât cumulé % |
|-------------------------|---------------------------|-------------------------|---------------------------|
| 31.5                    | 0                         | 0                       | 100                       |
| 25                      | 241                       | 8.04                    | 91.96                     |
| 20                      | 1481                      | 49.43                   | 50.57                     |
| 16                      | 2787                      | 93.02                   | 6.98                      |
| 12.5                    | 2978                      | 93.40                   | 6.6                       |
| 10                      | 2996                      | 100                     | 0                         |

### II.2.5.2. La courbe granulométrique par tamisage

La courbe granulométrique des différents granulats est représentée dans la (figureII.1). Il représente l'évolution du tamisât cumulé en fonction des ouvertures des tamis.

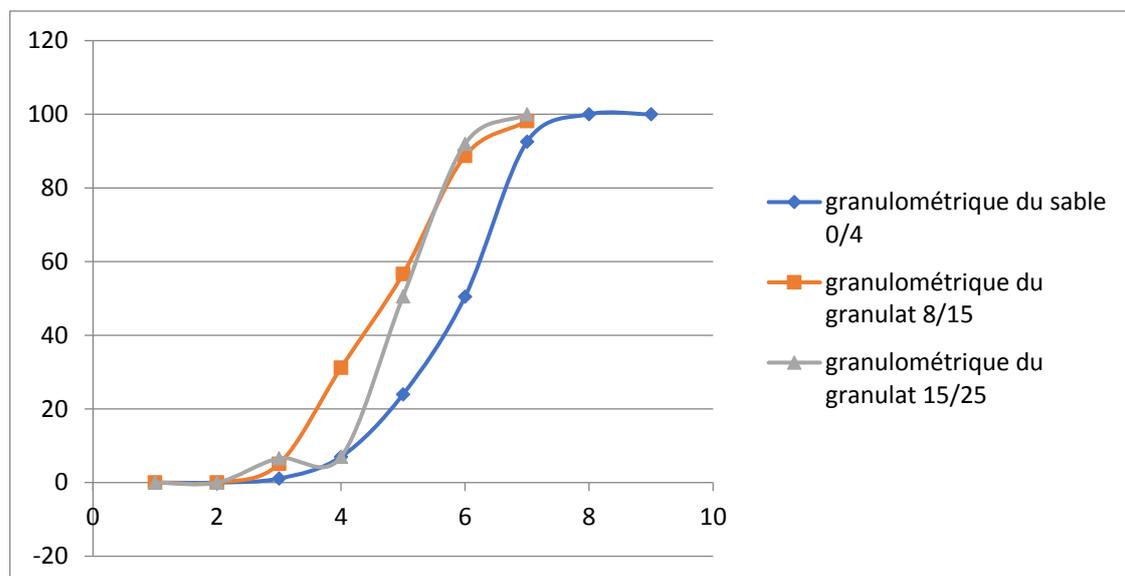


Figure II.1. Courbe granulométrique par tamisage.

## II.2.6. Formulation et mise en œuvre des bétons

Toute formulation de béton passe par le choix d'une méthode de calcul des différents composants du béton.

### II.2.6.1. Méthode de formulation de béton

Pendant la réalisation des formulations de béton. Les bétons ont été formulés sur la base de la méthode de Faury. Comme toutes les méthodes classiques, Faury distingue les grains fins et moyens inférieurs à  $D_{max}/2$  des gros grains supérieurs à  $D_{max}/2$ . La courbe granulométrique de référence est composée de deux droites dont l'abscisse du point de rencontre (point de brisure) est fixé à  $D_{max}/2$  et son ordonnée Y est donnée par :

$$Y = A + 17\sqrt[5]{D_{max}} + \frac{B}{D_{max}-0,75} \dots \dots \dots \text{II.1}$$

### II.2.6.2. Courbe de référence

La courbe de référence se définit par trois points (A, B et C) qui sont déterminés de la manière suivante:

- Point A :  $X=0.065$  et  $Y=0\%$
- Point B :  $X=D_{max}/2$  et  $Y = A + 17 * \sqrt[5]{D} + \frac{B}{(\frac{R}{D} - 0,75)}$

Avec :  $D_{max}$  : plus grand grain (dont la masse de refus cumulé est déférente de 0).

$$D_{max} = 25\text{mm} \longrightarrow X = 25/2 = 12,5 \text{ mm.}$$

$A = ?$  (Vibration moyenne du sable et granulat de type concassé) donc d'après le tableau I.

$$A = 29 ; B = ? \text{ (Le serrage utilisé est courant) donc } B = 1,5 ; \text{ et } R = \frac{V_b}{S_c}$$

Avec :  $V_b$  : volume de l'éprouvette, donc  $V_b = S * h = \pi r^2 * h = 3,14 * (0,16/2)^2 * 0,32 = 0,0064 \text{ m}^2$

Et  $S_c$  : surface latérale + surface de la face inférieure de l'éprouvette,

$$\text{Donc } S_c = 2\pi r * h + \pi r^2 = 2 * 3,14 * (0,16/2) * 0,32 + 3,14 * (0,16/2)^2 = (0,16 + 0,02) \text{ m}^2$$

$$\longrightarrow R = \frac{0,0064}{0,18} = 0,0355 \text{ m}$$

- Point C :  $X = D_{max} = 25\text{mm}$  et  $y = 100\%$

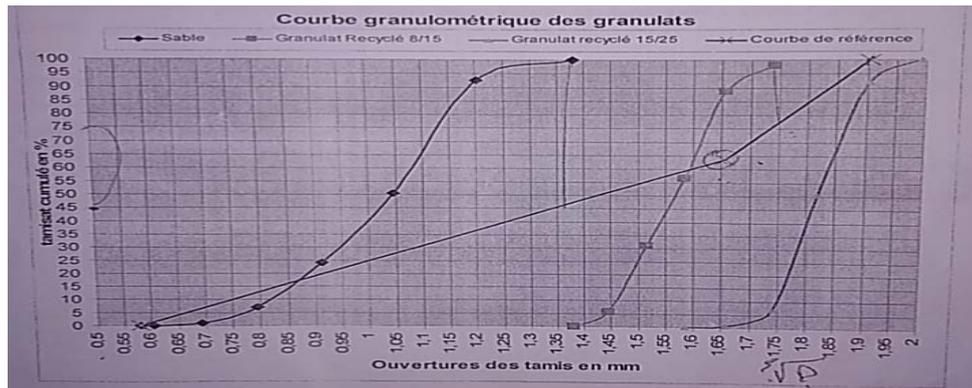


Figure II.2. Courbe granulométrique des granulats.

### II.2.6.3. Formulation du béton

Pour un rapport E/C= 0.5

$$E = 0.5 * C$$

$$V_b = V_s + V_{gr} + V_g + V_e + V_c \dots \dots \dots \text{II.2}$$

- Avec
- $V_s$  : volume du sable.
  - $V_g$  : volume des granulats 8/15.
  - $V_{gr}$  : volume des granulats 15/25.
  - $V_e$  : volume d'eau.
  - $V_c$  : volume du ciment.

On a :

$$1 \text{ m}^3 \text{ de béton} = \frac{M_s}{d_s} + \frac{M_{gr}}{d_{gr}} + \frac{M_g}{d_g} + \frac{M_e}{d_e}$$

- Avec :
- d: la densité du matériau.
  - M: la masse du matériau.

### II.3. Préparation des échantillons

Le rapporte eau /ciment (E/C) de ces mélanges est très important, même s'il ne peut pas toujours être optimisé lors de la mise en œuvre du procédé de solidification. Il conditionne la qualité du béton, la porosité ouverte du matériau (volume des pores, taille et géométrie des pores, distribution poreuse...etc.) Ainsi que le taux d'hydratation a 28jours.

Nous avons utilisé un rapport de E/C=0.5 pour favoriser la diffusion ; ce qui permet d'obtenir une capacité constante sans avoir besoin d'utiliser une « table a choc » ou une « table vibrante ».

Un problème important qui peut survenir lors de la préparation des échantillons qui est la carbonatation de la surface : le dioxyde de carbone atmosphérique peut rapidement donner naissance à une fine couche de calcite  $\text{CaCO}_3$  de surface qui peut obstruer la porosité superficielle et avoir des conséquences importantes sur la vitesse de lixiviation. Ce qu'il nous amène à adapter un mode de préparation des échantillons qui les prémunisse au maximum de l'air.

Le meilleur moyen d'éviter cette carbonatation de surface serait le moulage des échantillons dans des moules rectangulaire en acier leur enrobage avec le papier parafilm.

Après le démoulage on l'enveloppe à nouveau avec le parafilm et on les garde à l'abri de l'air.

### II.3.1. Mode opératoire

L'ensemble est décrit de manière détaillée par la norme CEN EN 196-1, il est énuméré ci-dessous:

- Un malaxeur normalisé,
- Des moules normalisés, permettant de réaliser des éprouvettes prismatiques de (4\*4\*16 cm<sup>3</sup>) ;
- Raclette en caoutchouc ;
- Une table à choc ;
- Une balance électronique ;
- Déchet « Nickel » ;
- Ciments portland ;
- L'eau distillée ;
- Papier parafilm.

Chaque matériau est préparé dans un malaxeur par Gachet (**figure II.3**) le sable et le polluant sont mélangés en premier à vitesse moyenne afin d'obtenir un mélange homogène puis le ciment est ajouté et l'ensemble est malaxé pendant quelques minutes.

Ensuite on ajoute de l'eau déminéralisée pour éviter l'ajout d'éventuels métaux lourds en traces supplémentaires dans les échantillons. Il est alors nécessaire de stopper l'agitation pour rincer le fond du récipient à l'aide d'une spatule afin que l'hydratation se produise de façon homogène. Après le malaxage, la pâte est versée dans son moule en acier (**figure II.4**). Avant de les l'envelopper avec le papier parafilm on pose nos matrices sur une table à choc.

En ce qui concerne les formulations avec déchet, on introduit le ciment en premier dans la cuve de malaxeur et on met le malaxeur en marche pendant quelques secondes à une vitesse lente, puis on

ajoute le déchet et on laisse le malaxeur en marche à sa vitesse lente pour homogénéiser le mélange, puis on ajoute de l'eau et on met le malaxeur à sa vitesse rapide et continuer le malaxage pendant 30s. On arrête le malaxeur et on récupère notre pâte à l'aide d'une raclette en caoutchouc dans les moules en acier qui sont représentés dans la (**figureII.4.**) Avant de les l'enveloppés avec le papier parafilm on pose nos matrices sur une table a choc [33].



**Figure II .3.** Malaxeur de laboratoire.



**Figure II.4.** Moule en acier.

#### ➤ Démoulage des éprouvettes

Le démoulage est exécuté entre 20 et 24 heures après la mise en moule, on l'enrobe avec le papier parafilm, et on le garde à l'abri de l'air pendant 28 jours comme elle nous montre la (**figureII.5.**)



**Figure II.5.** Les matrices cimentaires préparés.

### II.3.2. Préparation des matrices monolithiques

Après la période de 28 jours, les échantillons sont préparés afin de réaliser le test de lixiviation sur les blocs monolithiques de ( $4*4*4\text{cm}^3$ ) et des tests de caractérisation physico-chimique des matériaux sur granulats ( $<100\mu\text{m}$ ). Les cubes monolithiques sont obtenus par tronçonnage a sec des blocs.

### II.4. Les essais mécaniques

#### II.4.1. Mesure des résistances a la compression et la flexion (EN196-1)

##### II.4.1.1. Objectif de l'essai

Il s'agit de déterminer :

- ✓ Les propriétés de la résistance ;
- ✓ La contrainte de rupture ;
- ✓ La contrainte à la compression ;
- ✓ La contrainte de rupture a la traction par flexion.

##### II.4.1.2. Essai par flexion

L'essai de rupture par flexion est effectué sur une éprouvette prismatique de ( $4*4*16\text{ cm}^3$ ) en mortier placé sur deux roulants distants de 100 mm. On veille à ce que l'axe longitudinal de l'éprouvette soit dans le plan de flexion de l'appareil. On actionne la machine qui va appliquer une charge progressive et continue sans chocs, et à vitesse constante sur l'éprouvette jusqu'au moment de rupture. Ensuite, on récolte les résultats de la charge de rupture  $F_f$  et de la contrainte  $R_f$  correspondantes qui sont données directement par la machine d'essai. Cette contrainte est appelée résistance à la traction par flexion et si  $F_f$  est exprimée en Newton,  $R_f$  est exprimée en MPa. La rupture de chaque éprouvette en flexion est effectuée en augmentant progressivement la charge de rupture  $F_f$ , comme le montre la (figure II.6).

[34]

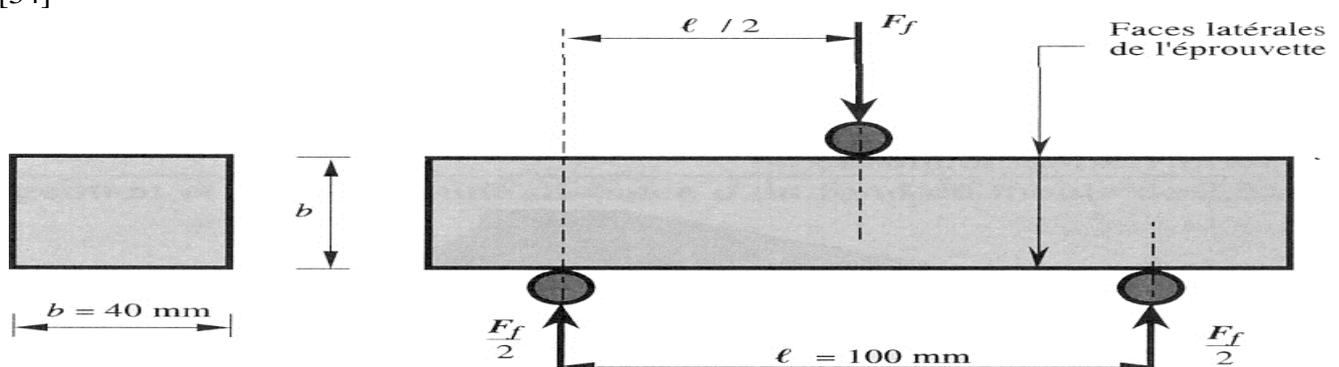


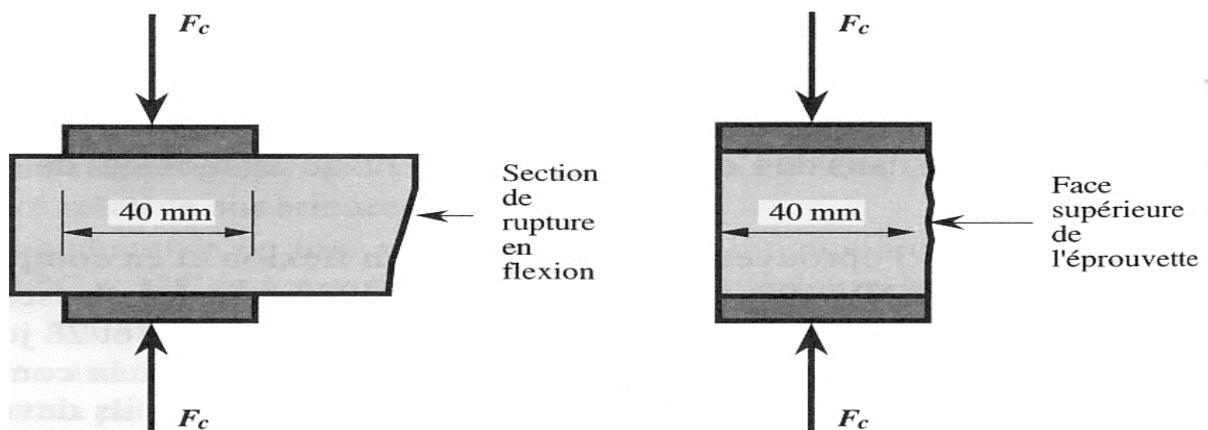
Figure. II.6. Essai de la rupture par flexion.

- La valeur de la résistance à la flexion obtenue est la moyenne de trois (03) prismes pour chaque série d'éprouvettes.

#### II.4.1.3. Essai de rupture par compression

L'essai consiste à placer l'extrémité du demi-prisme, de chaque éprouvette obtenue après rupture par flexion, dans la machine d'essai à la compression entre deux plaques d'acier. Elle est disposée de telle sorte que la section comprimée soit de (4\*4 cm<sup>2</sup>). A l'aide de la machine on presse un demi éprouvette à vitesse constante, on lui appliquant une charge progressive jusqu'à rupture de l'éprouvette comme le montre la (**figure II.7.**). On lit sur la machine la charge de rupture  $F_c$  et la contrainte de rupture  $R_c$ . [35]

Cette contrainte est appelée résistance à la compression et si  $F_c$  est exprimée en Newton,  $R_c$  est exprimée en MPa. [35]



**Figure II.7.** Essai de la rupture par compression.

- La valeur de la résistance à la compression obtenue est la moyenne de six (06) demi- prismes pour chaque série d'éprouvettes.

#### II.4.2. Préparation de la poudre a analysé

Avant de procéder à une analyse quelconque d'un échantillon solide, nous lui faisons subir un traitement mécanique qui est la phase la plus délicate pour préparer un échantillon représentatif. Pour atteindre ce but, nous réaliserons les opérations suivantes :

### II.4.2.1. Concassage

Cette méthode sert à réduire les dimensions des blocs de matière première à une granulométrie de l'ordre de quelques millimètres. Pour réaliser cette réduction nous avons utilisé le concasseur à mâchoires.



**Figure II.8.** Concasseeur a mâchoire.

### II.4.2.2. Broyage

C'est une opération qui consiste à réduire les dimensions des grains de la matière première à une granularité assez fine, atteignant quelques micromètres. L'opération de broyage est réalisée soit manuellement soit à l'aide d'un broyeur à boulets.



**Figure II.9.** Broyeur a boule.



**Figure II.10.** Broyeur manuel.

### II.4.2.3. Tamisage

Le tamisage consiste à répartir les grains d'un échantillon brut à travers une série de tamis de norme AFNOR (1.6mm, 0.5mm, 0.125mm, 100µm) de plus en plus de petite ouvertures allant de 1,6mm jusqu'à 100µm. Ces ouvertures sont formées par des mailles carrées faites dans des toiles métalliques (cas de tamisage par voie sèche).



Figure II.11. Tamiseur.

### II.4.2.4. Homogénéisation et Quartage

L'homogénéisation est un procédé mécanique qui consiste à mélanger l'échantillon de manière à le rendre homogène. La matière finement broyée est mise en forme d'un cercle partagé en quatre parties égales, dont nous prenons les deux parties opposées. C'est une opération de réduction de poids de l'échantillon souhaité pour l'analyse comme le montre la (figure II.12).

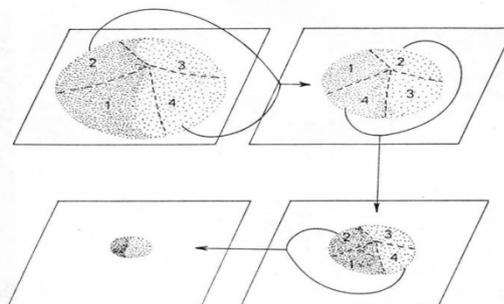


Figure II.12. Homogénéisation et Quartage.

Le quartage est une opération de réduction de poids de l'échantillon pour l'analyser. Ce procédé obéit à la loi de RECHARDSE qui est exprimée par la relation suivante [36] :

$$Q_i \geq Kd^2 \dots\dots\dots \text{II.3}$$

$$m \leq Q_i / Kd^2 \dots\dots\dots \text{II.4}$$

$$m = 2^n \implies n = \ln m / \ln 2 \dots\dots\dots \text{II.5}$$

Avec : **Q** : masse à quarter.

**m** : masse.

**d** : diamètre.

**K** : coefficient de répartition de l'échantillon  $k=0.1$

**n** : nombre de quartage.

### II.4.3. Taux d'humidité

Le taux d'humidité est le poids en eau contenu dans un échantillon rapporté à sa masse sèche. Sa détermination permet de calculer la masse sèche de l'échantillon et de supprimer l'étape de séchage des échantillons soumis aux tests de lixiviation qui peut induire des transformations physico-chimiques à savoir : la carbonatation, oxydation, transformation de phase...). Le principe de la détermination de l'humidité consiste à sécher, en parallèle à l'étuve ( $103^{\circ}\text{C} \pm 3$ ) [37].

#### II.4.3.1. Mode Opérateur

On prépare une masse  $m_0$  de nos échantillons (pates de ciment sans et avec déchet) dans des creusés et on les met dans l'étuve pendant 24h, puis on récupère nos échantillons et on détermine leurs masses finales  $m_f$  à l'aide d'une balance. Le taux d'humidité est déterminé dans l'équation **II.6**

$$H(\%) = \left[ \frac{m_0 - m_{0s}}{m_0} \right] * 100 \dots\dots\dots \text{II.6}$$

Avec :  $m_0$  : la masse de l'échantillon avant séchage.

$m_{0s}$  : la masse de l'échantillon après séchage.

## II.5. Caractérisation physico-chimique des matériaux

### II.5.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

#### II.5.1.1. Définition de la diffraction X

La diffraction aux rayons X est une technique conventionnelle pour l'identification des phases minéralogiques des matériaux cristallins.

L'appareil de diffraction des rayons X fonctionne selon le principe de la relation de Wulff-Bragg. En effet, des rayons X monochromatiques, sont diffractés par des plans atomiques suivant la loi de Bragg pour donner des pics de diffraction sur un diffractogramme [38].

#### II.5.1.2. Le principe de la diffraction X

L'état cristallin est caractérisé par la répartition triperiodique dans l'espace atomique. Cette répartition ordonnée constitue des plans parallèles et équidistants que l'on nomme plans réticulaires  $\{h, k, l\}$ . Les distances interréticulaires sont de l'ordre de  $0.15 \text{ \AA} - 15 \text{ \AA}$  et dépendent de la disposition et du diamètre des atomes dans le réseau cristallin.

Elles sont constantes, caractéristiques du cristal et peuvent être calculées grâce à la diffraction de rayons X.

Le diffractogramme obtenu est un spectre des intensités en fonction des angles déviation.  $2\theta$  DRX balayé. Chaque phase minérale cristallisée est caractérisée par un ensemble de pics  $2\theta$  DRX correspondant à la périodicité de la distance réticulaire. La méthode Rietveld (1993) permet une interprétation quantitative d'un diffractogramme.

La diffraction de la réflexion est donnée par l'équation de Bragg:

$$2d\sin\theta = n\lambda \dots\dots\dots \text{II.7}$$

- Avec :
- $\theta$  : angle entre le faisceau incident et le plan diffractant,
  - $d$  : distance inter réticulaire entre les plans diffractant,
  - $\lambda$  : Longueur d'onde du faisceau incident
  - $n$  : l'ordre de la diffraction.

Elle s'applique sur des poudres ou des échantillons massifs.

La source émettrice de rayon X le balayage selon un angle  $\theta$  d'une tranche représentative d'un échantillon permet d'accéder à tout l'espacement réticulaire de l'échantillon.

C'est une technique qui n'est pas destructible pour l'échantillon et les étalons de référence restent les mêmes dans le temps.

Les éléments qui sont inférieurs au carbone 14 ne peuvent pas être analysés par la DRX. La précision varie avec la quantité de matière disponible pour l'analyse. Elle dépend aussi des éléments recherchés et la matrice dans laquelle se trouve cet élément.

L'échantillon est concerné par cette méthode d'analyse car c'est la plus représentative (contient tous les éléments existants dans l'échantillon globale). Le schéma de la diffraction de rayon X est illustré dans la (figure I.13).

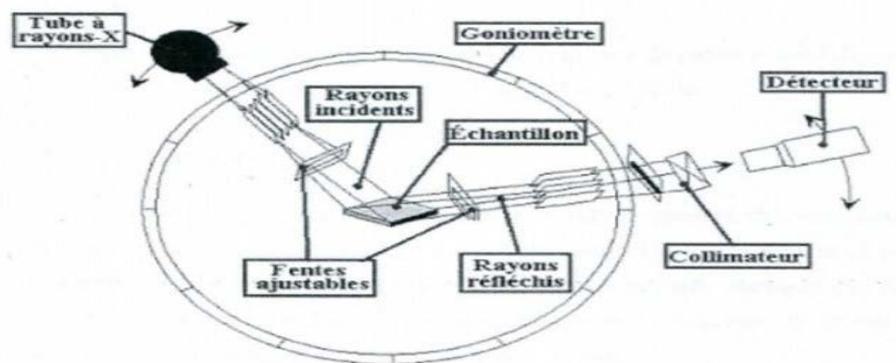


Figure II.13. Schéma de la diffraction de rayon X.

## II.5.2. Analyse par spectroscopie infrarouge (IRTF)

### II.5.2.1. Définition

L'utilisation de la DRX permet d'étudier les principales phases minérales cristallisées présentes dans la matrice mais ne donne aucune information concernant les phases amorphes présentes dans le matériau. L'analyse des matériaux par IRTF peut nous permettre d'accéder à des informations concernant les phases amorphes (Figure II.14). La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier est une méthode d'analyse non destructive pour l'échantillon, elle est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau. [39]

### II.5.2.2. Le principe de (IRTF)

Dans les conditions normales de température et de pression (CNTP), les atomes et les groupements fonctionnels constituant la matière, sont animés de mouvement vibratoire. Si ces constituants sont exposés à un rayonnement électromagnétique dont la fréquence de vibrations proche de celle de l'une ou l'autre de leurs fréquences de vibrations propres, ils entrent en résonance, empruntant pour ce faire, de l'énergie dans le faisceau incident. Il y a alors absorption d'énergie.

Sous l'effet d'un rayonnement électromagnétique infrarouge, les liaisons moléculaires absorbent une partie de cette énergie et vibrent selon des mouvements de différents types (vibration d'élongation ou de déformation). [40]

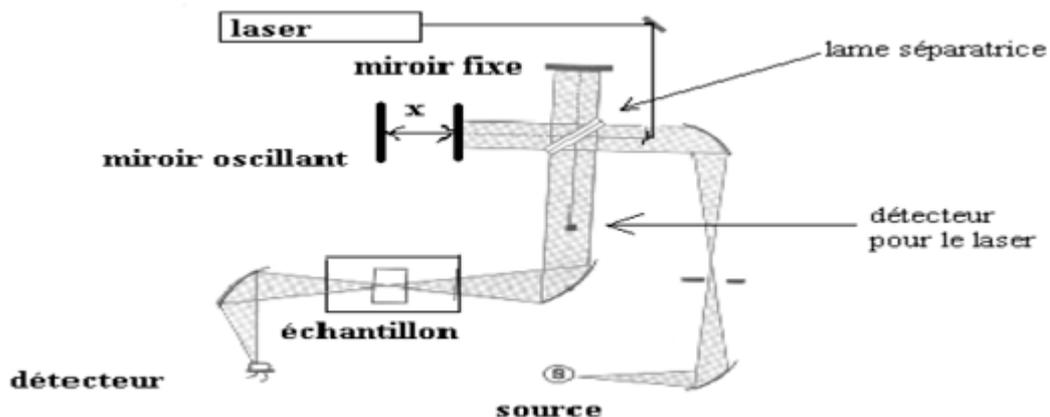


Figure II.14. Schéma du principe de la spectroscopie IR.

### II.5.3. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

#### II.5.3.1. Définition

La microscopie électronique à balayage (MEB) ou Scanning Electron Microscopy (SEM) en anglais est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons-matière.

#### II.5.3.2. Le principe de microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour scanning Electron Microscopy) basée sur le principe des interactions électrons-matière. Le principe du balayage consiste à explorer par

lignes successives et point par point, la surface de l'échantillon a analysé qui, en réponse différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface de l'échantillon.

Le MEB permet d'obtenir une image réfléchi (agrandi jusqu'à 100 000 fois ou plus) de l'échantillon, mettant en évidence des détails, comme l'effet profondeur, impossible à décaler autrement et de dimensions excessivement réduites. [40]

## II.5.4. Analyse thermique différentiel et analyse thermogravimétrie et (ATD/ATG)

### II.5.4.1. Analyse ATD

L'analyse thermique différentielle (ATD) est une méthode que nous avons utilisée pour déterminer les températures correspondantes à des modifications du matériau en fonction du traitement thermique. Elle consiste à mesurer la différence de température entre un échantillon ( $t_e$ ) et une référence ( $t_r$ ) (matériau inerte thermiquement) en fonction du temps et de la température, lorsqu'ils sont soumis à une variation programmée de température, sous atmosphère contrôlée (**figure II.15**). D'une manière générale, les transitions de phase et l'évaporation de solvants se traduisent par des pics endothermiques. Par contre la cristallisation, l'oxydation et certaines de décompositions se caractérisent par des pics exothermiques.

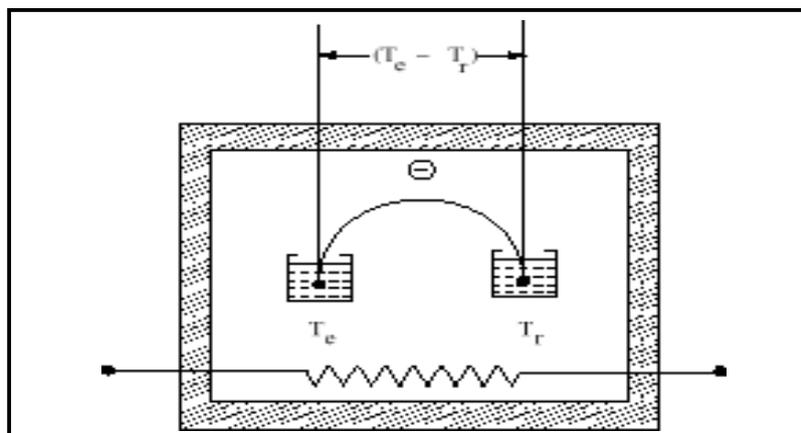
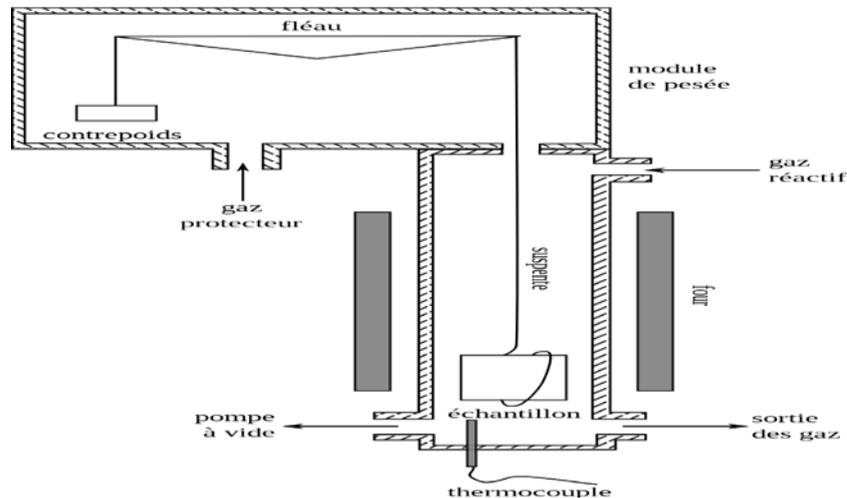


Figure II.15. Principe fonctionnement de système ATD

### II.5.4.2. Analyse ATG

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique d'analyse thermique qui consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné. Une telle analyse suppose une bonne précision pour les trois mesures : masse, temps et température. Comme les courbes de variations de masse sont souvent similaires, il faut souvent

réaliser des traitements de ces courbes afin de pouvoir les interpréter. La dérivée de ces courbes montre à quels points ces variations sont les plus importantes.



**Figure II.16.** Représentation schématique d'une ATG.

## II.6. Test de lixiviation TCLP (TOXICITY CHARACTERISTIC LEACHING PROCEDURE)

### II.6.1. Tests de lixiviations

La mise en solution est le moyen le plus susceptible de mobiliser les polluants contenus dans le déchet brut (ou traité). Les lixiviations consistent à pratiquer des mises en contact déchet solution des différentes conditions : différentes compositions de solution, différentes durées, lixiviation séquentielles ou permanentes avec ou sans renouvellement de la solution...etc. [41]

#### II.6.1.1. Principe

Le principe des tests de lixiviation est de déterminer les phénomènes de fixation des contaminants et de comprendre les mécanismes de relargage. Le principal agent susceptible de véhiculer les éléments toxiques vers l'environnement est l'eau.

Ils sont des tests caractéristiques du comportement à lixiviation de déchet. Ces tests sont effectués pour un déchet sous forme d'une boue. Le test TCLP vise à caractériser le comportement du déchet en cours du temps, nous mettons en contact le déchet avec solution de lixiviation de volume fixe.[41]

## II.7. Test de lixiviation sur monolithe (TLM)

Les tests de lixiviation effectués sur les blocs monolithiques sont conformes à la procédure d'évaluation approfondie des procédés de stabilisation / solidification à base de liants hydraulique.

### II.7.1. Objectif

L'objectif de ce test dynamique (renouvellement périodique du lixiviat) est de suivre le relargage de polluants inorganiques contenus dans un matériau monolithique poreux et de caractériser les mécanismes de transfert en solution de ce polluant. Des variations de ce test peuvent également être mises en œuvre dans le but de mettre en évidence l'influence de certains paramètres sur l'intensité ou la dynamique de relargage des éléments contenus dans le monolithe étudié. [41]

### II.7.2. Principe

Pour le test TLM, un bloc monolithique de dimensions connus est mis en contact avec une solution de lixiviation de volume fixe. La lixiviation est renouvelée a durées de contact choisi de manière à pouvoir déterminer l'intensité et la dynamique de relargage de certains éléments par l'analyse des lixiviant obtenus. A chaque renouvellement de la solution de lixiviation, le ratio L/SF est maintenu constant.[41]

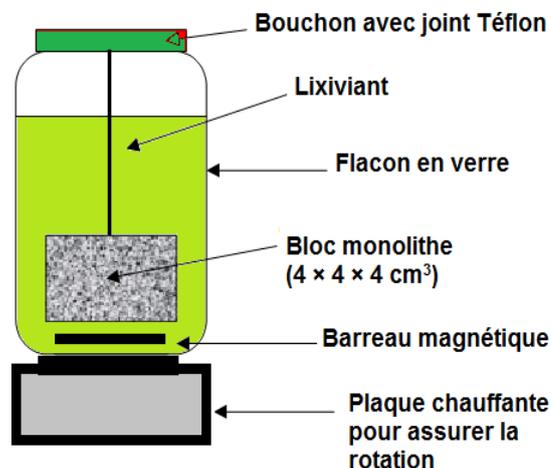


Figure II.17. Procédé du test de lixiviation sur bloc monolithique. [42]

**CHAPITRE III**  
**REVUE DE LA**  
**LITTERATURE SUR LES**  
**RESULTATS**

**RESULTATS**

**CHAPITRE III****REVUE DE LA LITTÉRATURE SUR LES RESULTATS****(Spéciation, mécanismes réactionnels, phases d'hydratations)****III.1. Introduction**

Dans le temps normal ce chapitre était sensé être la dernière étape de notre travail, mais à cause de la crise sanitaire (COVID-19) que nous traversons, ce chapitre est devenu revue de littérature sur les résultats expérimentaux des différents travaux (recherches) effectués dans le cadre de la stabilisation/solidification avec liants hydrauliques :

1. Mémoire de magister présente par R. DJENNADI : Influence de la composition des déchets métallifère, minier et industriel stabilisés par liants hydrauliques et soumis à des tests de lixiviation sur la dégradation chimico-mécanique des matrices cimentaires (2015). Il a utilisé dans son travail le ciment II comme matière première pour la fabrication du mortier et du béton.
2. Thèse de doctorat présenté par C. BELEBCHOUCHE : Etude expérimentale du comportement des matériaux cimentaires exposés à des environnements chimiquement agressifs et modélisation de la lixiviation (2015). Il a utilisé le ciment I pour la fabrication du mortier et la pâte cimentaire
3. Mémoire de master présenté par F. KHOUAN et Z. LEBDIRI: Caractérisation et utilisation de poussières de four de ciment CKD dans la Stabilisation/Solidification des déchets de l'unité B.C.R Bordj-Ménaïel Boumerdès (2016) elles ont utilisé le ciment I et de poussières de four (CKD) pour la fabrication du mortier seul.
4. Article présenté par C. BELEBCHOUCHE, K. MOUSSACEB, A. HAMMOUDI et A. TAHAKOURT : Immobilisation des déchets riches en métaux lourds dans la structure des matériaux cimentaires : cas des déchets de l'unité SANIAK (2016) ils ont utilisé le ciment I pour la fabrication de la pâte cimentaire.

L'étude comparative réalisé dans ce travail a eu pour objectifs de mettre en évidence les paramètres contrôlant le relargage des espèces chimiques polluantes lors d'une attaque externe, de suivre l'impact de l'ajout du déchet et l'effet des agressions extérieures sur les propriétés et le comportement des matériaux cimentaires à long terme dans le contexte du stockage de déchets ultimes.

### III .2. Discussion des résultats théoriquement

#### III.2.1. Caractérisation du déchet

##### 1. Mémoire de magister de R. DJENNADI

Les résultats de caractérisation chimique élémentaire, déterminés par la technique où méthode d'absorption atomique « SAA », obtenus pour le déchet brut de l'unité BCR- Algérie sont illustrés dans le **tableau III.1.**

**Tableau III. 1.** Composition chimique élémentaire du déchet de l'unité BCR obtenue par l'eau régale.

| Element | Concentration<br>(mg/l) | Concentration<br>(mg/Kg) |
|---------|-------------------------|--------------------------|
| N       | 610.7                   | 348.9                    |
| P       | 289.9                   | 165.6                    |
| C       | 53.01                   | 30.29                    |
| C       | 0.079                   | 0.045                    |
| Z       | < Limite de detection   | < Limite de detection    |
| F       | 1.079                   | 0.616                    |
| M       | N'est pas détecté       | N'est pas détecté        |
| N       | 1.026                   | 0.586                    |
| C       | 1532                    | 875.4                    |
| K       | N'est pas détecté       | N'est pas détecté        |
| A       | 7.684                   | 4.391                    |
| Cl      | 184.6                   | 105.5                    |

##### 2. Thèse de doctorat de C. BELEBCHOUCHE

Les résultats obtenus sur le déchet de l'unité BCR qui a été caractérisé par l'eau régale sont consignés dans le **tableau III.2.**

**Tableau III.2.** Composition chimique élémentaire du déchet de l'unité BCR.

| Elément                 | Concentration<br>(mg/L)   | Concentration<br>(mg/Kg)  | Norme N X31-21<br>(mg/Kg) |
|-------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| <b>Cd<sup>2+</sup></b>  | N'est pas détecté         | N'est pas détecté         | 25                        |
| <b>Ni<sup>2+</sup></b>  | 622,3                     | 355.2                     | 50                        |
| <b>Pb<sup>2+</sup></b>  | 289,9                     | 165.5                     | 50                        |
| <b>Cr<sup>3+</sup></b>  | 53,01                     | 30.26                     | -                         |
| <b>Cu<sup>2+</sup></b>  | 0,079                     | 0.045                     | 250                       |
| <b>Zn<sup>2+</sup></b>  | 0.002                     | 0.004                     | 10                        |
| <b>As<sup>3+</sup></b>  | <A la limite de détection | <A la limite de détection | 5                         |
| <b>Hg<sup>+</sup></b>   | N'est pas détecté         | N'est pas détecté         | -                         |
| <b>Fe<sup>2+</sup></b>  | 1.079                     | 0.616                     | -                         |
| <b>Mg<sup>2+</sup></b>  | 0.016                     | 0.009                     | -                         |
| <b>S<sup>2-</sup></b>   | <A la limite de détection | <A la limite de détection | -                         |
| <b>Na<sup>+</sup></b>   | 1.326                     | 0.757                     | -                         |
| <b>Ca<sup>2+</sup></b>  | 1532                      | 874.7                     | -                         |
| <b>K<sup>+</sup></b>    | 0.038                     | 0.022                     | -                         |
| <b>Sn<sup>2+</sup></b>  | N'est pas détecté         | N'est pas détecté         | 5                         |
| <b>Cr<sup>VI+</sup></b> | N'est pas détecté         | N'est pas détecté         | -                         |
| <b>Ag<sup>+</sup></b>   | 7.684                     | 4.386                     | -                         |
| <b>Cl<sup>-</sup></b>   | 184.66                    | 105.4                     | -                         |

### 3. Mémoire de master de F. KHOUAN et Z. LEBDIRI

Le déchet brut a été caractérisé, par le test TCLP, dans le but de se prononcer sur son admission au non au centre de stockage. Les résultats sont obtenus à l'aide de différentes méthodes d'analyses (SAA, UV). Les résultats obtenus sont illustrés dans le **tableau III.3**.

**Tableau III.3.** Composition chimique élémentaire du déchet de l'unité BCR.

| Elément                  | Zn <sup>2+</sup> | Fe <sup>2+</sup> | SO <sub>4</sub> <sup>-</sup> | PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> | Pb <sup>2+</sup> | Ni <sup>2+</sup> |
|--------------------------|------------------|------------------|------------------------------|------------------------------|------------------|------------------|
| Concentration<br>(mg/Kg) | 9.8              | 86.53            | 307                          | 2.25                         | 165.5            | 355.2            |

### 4. Article de C. BELEBCHOUCHE, K. MOUSSACEB, A. HAMMOUDI et A. TAHAKOURT (cas de l'unité SANIAK)

Le déchet de l'unité SANIAK a été caractérisé par la mise en solution par attaque acide à l'état brut, afin de déterminer son potentiel polluant. Les résultats obtenus sur la matière brute sont consignés dans le **tableau III.4**

**Tableau III.4** Composition chimique élémentaire du déchet de l'unité SANIAK

| Élément          | Concentration<br>(mg/Kg) | Norme<br>(mg/Kg) | Élément           | Concentration<br>(mg/Kg) | Norme<br>(mg/Kg) |
|------------------|--------------------------|------------------|-------------------|--------------------------|------------------|
| Ni <sup>2+</sup> | 345.1                    | 50               | Fe <sup>2+</sup>  | 0.837                    | -                |
| Pb <sup>2+</sup> | 145.6                    | 50               | Mg <sup>2+</sup>  | 0.009                    | -                |
| Cr <sup>3+</sup> | 59.16                    | 50               | Na <sup>+</sup>   | 1.758                    | -                |
| Cu <sup>2+</sup> | 0.079                    | -                | Ca <sup>2+</sup>  | 632.5                    | -                |
| Zn <sup>2+</sup> | 0.002                    | 250              | K <sup>+</sup>    | 0.038                    | -                |
| As <sup>3+</sup> | 0.052                    | 10               | Cr <sup>VI+</sup> | 0.156                    | 5                |
| Hg <sup>+</sup>  | -                        | 5                | Ag <sup>+</sup>   | 99.36                    | -                |

### III.2.1.1. Analyse de la DRX sur le déchet

#### 1. Mémoire de magister de R. DJENNADI

✓ Le spectrogramme (annexe 1) obtenu lors de cette caractérisation minéralogique montre la présence de phases complexes, contenant des métaux lourds tels que le nickel, le plomb et le chrome :

AgCl, CaCO<sub>3</sub>, ZnO, (Fe, Ni)S<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pb<sub>5</sub>(ASO<sub>4</sub>)OH, PbTe, PbFeASO<sub>4</sub>(OH), NiAS<sub>2</sub>.

#### 2. Thèse de doctorat de C. BELEBCHOUCHE

✓ Le spectrogramme (annexe 2) obtenu lors de cette caractérisation minéralogique montre la présence de phases cristallines complexes contenant les éléments chimiques tels que le Nickel, le Plomb, le Chrome et le Zinc.

AgCl, CaCO<sub>3</sub>, ZnO, (Fe, Ni)S<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pb<sub>5</sub>(ASO<sub>4</sub>)OH, PbTe, PbFeASO<sub>4</sub>(OH), NiAS<sub>2</sub>.

✓ A travers cette caractérisation (chimique et minéralogique) du déchet brut, on constate que la concentration moyenne du nickel et du plomb obtenue sont très importante, en termes de quantité, elles sont de l'ordre de 622.3 mg/L de Nickel et de 289.9 mg/L pour le plomb ce qui est équivalent de 355.2 mg de Nickel /kg de déchet et 165.5 mg de Plomb/kg de déchet.[43].

#### 3. Mémoire de master de F. KHOUAN et Z. LEBDIRI

Le spectrogramme (annexe 3) obtenu lors de cette caractérisation minéralogique montre la présence de phases cristallines complexes contenant les éléments chimiques tels que le Nickel, le Plomb, le Chrome et le Zinc.

### **III.2.2. Caractérisation des matériaux solidifiés et stabilisés**

Une fois les formulations mortiers et béton (DJENNADI), mortier et pate (BELEBCHOUCHE), ont été confectionnées, les matériaux obtenus après une période de cure défini ont subi un tas de tests. Les résultats obtenus sont illustrés dans ce qui suit.

#### **III.2.2.1. Temps de prise des matériaux**

##### **1. Mémoire de magister de R. DJENNADI**

D'après les résultats des mesures obtenues du temps de prise des mortiers (matériau témoin et matériau contenant du 25% du déchet par rapport au poids du ciment) (annexe 4), il apparaît que l'ajout du déchet au matériaux cimentaires accélère le processus de prise du ciment par rapport à l'échantillon témoin, ceci est due à la grande quantité du chrome, du nickel et de calcium contenu dans le déchet, car ces deux derniers contribuent à la formation de nouveaux composés qui accélèrent l'hydratation et la prise du ciment. Aussi, il peut être provoqué par l'absorption de déchet d'une certaine quantité d'eau nécessaire pour l'hydratation qui favorise la formation de la portlandite, responsable en grande partie de la solidité du matériau, au sein du déchet vue sa richesse en calcium.

##### **2. Thèse de doctorat de C. BELEBCHOUCHE**

Le temps de début et de fin de prise pour toutes les pâtes a été mesuré à l'aide de l'aiguille de Vicat, (annexe 5) il semble que la présence en quantité importante du déchet dans les matrices cimentaires accélère le processus du temps de début et de fin de prise des pâtes de ciment, ceci est dû essentiellement aux aspects quantitatifs et qualitatifs des éléments chimiques présents dans le déchet à savoir les métaux lourds tels que: le nickel et le chrome [44], car ces deux derniers contribuent à la formation de nouveaux composés qui accélèrent la prise du ciment. En outre, les alcalins (sodium (Na) et potassium (K)) contenus dans le déchet ont participé à diminuer le temps de prise des pâtes de ciment et cela dépend amplement de leurs disponibilités dans le déchet [45].

##### **3. Mémoire de master de F. KHOUAN et Z. LEBDIRI**

Les résultats obtenus sont représentés dans l'annexe 6

### III.2.2.2. Etude de relargage des espèces polluantes ( $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ et $\text{Cr}^{3+}$ ) lors du test gonflement

#### 1. Mémoire de magister de R. DJENNADI

Les résultats de l'auteur sur les essais de gonflement (annexes 7 et 8) montrent que :

- ✓ Le relargage des espèces polluantes a été suivi lors des essais de gonflement afin d'étudier l'influence des taux de déformation sur la quantité relarguée des espèces polluantes.
- ✓ Une libération des métaux lourds a été observée lors de la mise en contact des éprouvettes avec l'eau déminéralisée, ceci est dû aux gradients de concentration entre la solution de lixiviation peu chargée et la basicité du matériau, créant ainsi un transfert d'ions par diffusion.
- ✓ Les matériaux sans (sans l'ajout de déchet) ne présentent aucun relargage des métaux lourds, ceci confirme l'indisponibilité de ces métaux à l'intérieur dans ces matrices cimentaires.
- ✓ Il a observé une augmentation des concentrations des éléments suivis dans les solutions de conservations en fonctions du temps, ceci peut être attribué au taux de déformation (gonflement).
- ✓ L'augmentation du taux de gonflement engendre une grande porosité conduisant ainsi à l'augmentation de la surface d'échange qui provoque une libération des métaux liés (destruction et dissolution des phases cristallisées) et libres (disponibles vue la quantité importante du déchet dans le matériau) favorisant ainsi leurs diffusions en grande quantité dans les solutions de conservation.
- ✓ Il a observé que les concentrations moyennes des métaux libérés à partir de la formulation du mortier est plus importante que celle libérée à partir de la formulation de béton, cela peut être dû à l'ajout des granulats (gravier) qui jouent un rôle important dans la réduction de la porosité du matériau.

#### 2. Thèse de doctorat de C. BELEBCHOUCHE

Les résultats de l'auteur sur les essais de gonflement (annexe 9) montrent que :

- ✓ Au début, des essais de gonflement, une diminution des concentrations du nickel, chrome et plomb dans les trois premières échéances suivies d'une augmentation immédiate en fonction du temps de contact.
- ✓ La diminution des concentrations en éléments suivis, de la première échéance à la troisième, est attribuée à l'épuisement des espèces polluantes libres (non liées) qui se trouvent sur la surface extérieure des éprouvettes dû au phénomène de lessivage (lavage de la surface extérieure).

- ✓ Par contre il a constaté, en général, à partir de la quatrième échéance une augmentation continue des concentrations des éléments suivis dans les solutions de conservations en fonctions du temps, ceci peut être attribué au taux de déformation (gonflement) qui est fonction de la quantité de déchet dans le matériau le taux de gonflement augmente en fonction de l'augmentation de la quantité de déchet dans le matériau. L'augmentation du taux de gonflement engendre une grande porosité conduisant ainsi à l'augmentation de la surface d'échange qui provoque une disponibilité des métaux liés (destruction et dissolution des phases cristallisées) et libres (disponibles vue la quantité importante du déchet dans le matériau) favorisant ainsi leurs diffusions en grande quantité dans les solutions de conservations.
- ✓ Il a observé que les concentrations moyennes des métaux libérés à partir des formulations pâtes sont plus importantes que celles libérées à partir des formulations mortiers, cela peut être dû à l'ajout du sable qui joue un rôle important dans le piégeage des éléments traces.

### III.2.2.3. Résistance mécanique des matériaux stabilisés/solidifiés

#### 1. Mémoire de magister de R. DJENNADI

- ✓ D'après les résultats de l'évolution des résistances mécaniques des formulations confectionnées il a été prouvé que la résistance des matériaux confectionnés (mortiers et bétons) à 28 jours de cure est supérieure à celle de 7 jours, ceci est dû à l'évolution des réactions d'hydratation au cours du temps. Cette observation est commune dans les études et les expériences relatives à la résistance du béton ou de la pâte de ciment rapportées dans la littérature [46].
- ✓ Les résistances mécaniques des matériaux S/S sont supérieures à celle recommandé par la norme XP X 31-212 (1 MPa pour la résistance en compression et 0.1 MPa pour la résistance à la traction). Les résultats obtenus montrent que les mortiers présentent des résistances meilleures que celles présentées par les bétons, (annexes 10 et 11) cela est dû probablement à la granularité (angularité) du gravier qui participe à l'augmentation du taux réduction de la porosité, diminuant ainsi la résistance des bétons.
- ✓ Il a observé que les matériaux témoins (sans l'ajout du déchet) présentent des résistances élevées à 7 et à 28 jours de cure par rapport aux matériaux dopés par le déchet. Pour les matériaux dopés par le déchet, on observe une chute de résistance qui est due à :
  - Le déchet n'a pas une activité pouzzolanique ou à une faible réactivité que le ciment ;
  - L'absorption de déchet d'une certaine quantité d'eau nécessaire pour l'hydratation.

## 2. Thèse de doctorat de C. BELEBCHOUCHE

Les résultats obtenus (annexe 12) montrent que la résistance d'un mortier ou d'une pâte évolue avec leurs âges. Cette observation est commune dans les études et les expériences relatives à la résistance du béton ou de la pâte de ciment rapportées dans la littérature [47]-[48]. Dans cette étude, les résultats obtenus pour les formulations confectionnées confirment ce comportement. Les résistances des éprouvettes des matériaux S/S sont supérieures à celle recommandée par la norme XP X 31-212 [49] qui est de 1MPa. Les résultats obtenus montrent que les mortiers présentent des résistances meilleures que celles présentées par les pâtes de ciment, cela est dû probablement à l'ajout du sable normalisé qui participe pleinement à la réduction de la porosité, augmentant ainsi la résistance des mortiers [50]. Il a été observé que les matériaux témoins présentent des résistances élevées à 28 jours de cure ; elles sont de l'ordre de 55 MPa pour le mortier et 52 MPa pour la pâte par rapport aux matériaux dopés par le déchet. En général, Il parut que la résistance des matériaux stabilisés/solidifiés augmente avec l'augmentation de la quantité du déchet jusqu'à un niveau maximal donné ; cette augmentation est due à la disponibilité du Nickel [51] et du Chrome [52] dans le déchet qui accélère l'hydratation du  $C_3S$  dans les matériaux S/S. Au-delà du seuil enregistré, on observe une chute de résistance brutale malgré l'augmentation de la quantité du déchet qui peut être attribué :

- À l'aspect qualitatif et quantitatif du déchet (le déchet n'a pas une activité pouzzolanique ou à une faible réactivité importante que le ciment) ;
- À la quantité de ciment disponible pour l'hydratation et le piégeage des éléments traces (l'excès du déchet par rapport à la quantité de ciment engendre beaucoup de métaux non liés) [52]
- Aussi elle peut être provoquée par l'absorption de déchet d'une certaine quantité d'eau d'hydratation.[53]

## 3. Mémoire de master de F. KHOUAN et Z. LEBDIRI

D'après (annexes 13, 14, et 15) :

- ✓ Les matériaux témoins T et P1 présentent des résistances élevées ; elles sont de l'ordre 55.25 MPa pour le T et 55.47 MPa pour le P1.
- ✓ En comparant ces résultats avec les résultats montrés dans (annexe 15), on distingue une augmentation de résistance des matériaux stabilisés.
- ✓ La résistance mécanique diminue avec l'augmentation de quantité de CKD ajoutée dans les formulations, du fait de diminution des phases minéralogique du ciment dans le mélange.
- ✓ La formulation E5 présente la meilleure performance de point de vue mécanique.

- ✓ Elles ont conclu que l'ajout du déchet a modifié les résistances mécaniques des matériaux S/S du fait que ce dernier contient des métaux lourds qui ont influencé l'hydratation des matrices cimentaires

#### 4. Article de C. BELEBCHOUCHE, K. MOUSSACEB, A. HAMMOUDI et A. TAHAKOURT (cas de l'unité de SANIAK)

Ils ont conclu que :

Les résistances des éprouvettes des formulations confectionnées sont supérieures à celle recommandée par la norme XP X 31-211[54] qui est égale à 1MPa. Il a été observé que le matériau témoin présente une résistance mécanique plus élevée par rapport aux formulations dopées par le déchet (annexe 16). En général, Il parut que la résistance des formulations étudiées augmente avec la quantité du déchet jusqu'à un point maximale, cette augmentation est due à la présence du nickel et du chrome en grande quantité dans le déchet qui accélère l'hydratation du C3S dans les formulations dopées par le déchet [55]-[56]. Au-delà d'un pourcentage de 30%, on enregistre une chute de résistance en fonction de l'augmentation de la quantité du déchet et cela est dû l'excès de la quantité de déchet dans le matériau qui empêche la formation de la portlandite et le silicate de calcium hydraté C-S-H qui confèrent une meilleure résistance mécanique aux matériaux.

#### III.2.2.4. Influence de l'ajout du déchet sur la quantité des hydrates formés lors de l'hydratation du ciment.

##### 1. Mémoire de magister de R. DJENNADI

L'analyse, des thermogrammes obtenus pour les matériaux sains (sans l'ajout du déchet) et les matériaux dopés par le déchet, M (0 et 25%) et B (0 et 25%), (annexes 17, 18, 19 et 20) a permis de détecter trois phases endothermiques majeures dans le processus de décomposition et de perte de masse de nos échantillons, à savoir :

##### 1- **Phase 1** : Départ de l'eau des pores et décomposition des hydrates (100°C-400°C) :

- Le premier pic endothermique concerne l'évaporation de l'eau présente dans toute la porosité du matériau à 100 C°, et de l'eau chimiquement liée aux hydrates.
- Le pic observé entre 100 et 400°C est, en fait, la résultante du chevauchement de plusieurs pics de départ de l'eau des pores et l'eau chimiquement liée.

**2- Phase 2 : Perte de masse entre 400°C et 600°C**

- La perte de masse engendrée par cette décomposition correspond à un départ d'eau chimiquement liée à la portlandite.
- Les résultats des teneurs en portlandite et en hydrates formées lors des réactions d'hydratation (annexe 21) montrent que la teneur en portlandite et la teneur des hydrates dans les matériaux sains est importante par rapport à celle obtenue pour les matériaux contenant du déchet ; cela peut être expliqué par le fait que l'ajout du déchet dans le matériau S/S affaiblit l'hydratation totale des grains du ciment anhydre et favorise la substitution et le piégeage des métaux toxiques dans les hydrates. Ceci montre que le degré d'hydratation des matériaux sains est plus important que celui dans les matériaux dopés par le déchet et confirme les résultats de résistances obtenues au cours des essais d'écrasement.

**3- Phase 3 : Perte de masse entre 600°C et 800°C**

- Cette phase correspond à la décarbonatation du  $\text{CaCO}_3$ .
- La perte de masse concorde au départ du  $\text{CO}_2$ .

**2. Thèse de doctorat de C. BELEBCHOUCHE**

L'analyse, des spectres thermogravimétriques (annexe 22, 23) obtenus pour les matériaux F1M, F1P, F4M et F4P, a permis de mettre en exergue trois phases majeures dans le processus de décomposition et de perte de masse de nos échantillons, à savoir :

**1- Phase 1: Départ de l'eau des pores et décomposition des hydrates (100°C-400°C) [57]**

- Le premier pic concerne l'évaporation de l'eau présente dans toute la porosité du matériau et de l'eau chimiquement liée aux hydrates.
- Le pic observé entre 100°C et 400°C est, en fait, la résultante du chevauchement de plusieurs pics de départ de l'eau des pores et l'eau chimiquement liée justifie la difficulté de la quantification de la contribution individuelle de l'eau des pores et de l'eau chimiquement liée.

**2- Phase 2 : Perte de masse entre 400°C et 600°C [57]-[58]**

- Cette partie correspond au départ de l'eau liée aux hydrates, principalement celle liée à la portlandite cependant de nouveaux pics ont été observés aux alentours de 555°C pour les matériaux dopés par le déchet, ces pics sont attribués à la déshydroxylation des hydroxydes de plomb [59]. Les résultats d'ATG confirment l'apparition de la phase  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  détectée lors de l'analyse DRX.
- La perte de masse engendrée par cette décomposition correspond à un départ d'eau chimiquement

liée.

- Les résultats des teneurs en portlandite et en hydroxydes de plomb (annexe 24) montrent que la teneur en portlandite dans les matériaux sains est importante par rapport à celle obtenue pour les matériaux contenant le déchet, cela peut être expliqué par le fait que l'ajout du déchet dans le matériau S/S amoindrit l'hydratation des grains du ciment anhydre et favorise la substitution du calcium de la portlandite par le plomb pour former des hydroxydes de plomb  $Pb(OH)_2$ .

### 3- Phase 3 : Perte de masse entre 600°C et 800°C [57]-[58]

- Cette phase correspond à la décarbonation du  $CaCO_3$ .
- La perte de masse concorde au départ du  $CO_2$ .

#### III.2.2.5. Test de lixiviation sur monolithe (TLM)

##### 1. Mémoire de magister de R. DJENNADI

D'après l'étude de l'auteur il a conclu ce qui suit (annexes 25 30, 26 31, 27, 28, 29, 30 et 31) :

- ✓ Que les flux totaux relargués des espèces suivies dans le milieu sulfaté sont très importants à ceux relargués dans les milieux acide, neutre et le basique. Ceci est dû à la force ionique élevée de la solution sulfatée par rapport aux autres lixiviants et la teneur élevée en aluminat tricalcique présente dans le ciment ( $C_3A > 3\%$  pour le ciment utilisé).
- ✓ Lorsque les blocs sont en contact avec la solution sulfatée plusieurs phénomènes peuvent être exécutés, une partie de la portlandite se dissout suivie par la diffusion des sulfates vers l'intérieur de la matrice cimentaire. Les sulfates entrants réagissent avec les ions de la solution interstitielle. Ces réactions engendrent la précipitation des espèces secondaires à savoir : l'étringite et le gypse et induisant l'apparition des pressions de cristallisation et des éclatements et des fissures visuelles. Cependant la dégradation du mortier était très importante et rapide par rapport au béton, ceci est dû à l'ajout du gravier qui ralentit la diffusion des sulfates vers l'intérieur du bloc et diminuant donc la cadence de dégradation du béton.
- ✓ Les quantités du chrome lixiviées sont très faibles par rapport aux autres métaux dans les quatre milieux d'études et pour les deux types de formulation, ceci peut être expliqué par sa nature chimique qui est difficilement soluble.

##### 2. Thèse de doctorat de C. BELEBCHOUCHE

Les mêmes observations que R. DJENNADI, (annexes 32, 33 et 34).

#### **4. Article de C. BELEBCHOUCHE, K. MOUSSACEB, A. HAMMOUDI et A. TAHAKOURT (cas de l'unité de SANIAK)**

Les résultats enregistrés (annexe 35) des taux des métaux lourds retenus après le test TLM montrent l'absence des métaux lourds dans la formulation témoin, ceci justifie l'inexistence des métaux lourds dans le ciment utilisé. Aussi ils ont observé que les concentrations en métaux lourds dans les formulations dopées par le déchet ont été diminuées par rapport aux concentrations des éléments relargués à partir du déchet brut. La formulation P4 présente les meilleurs pourcentages en métaux lourds retenus, ils sont de l'ordre de 88.94%, 95.32% et 79.64% pour le  $Pb^{2+}$ , le  $Cr^{3+}$  et le  $Ni^{2+}$  respectivement.

### **III.2.2.6. Analyse infrarouge (IR)**

#### **2. Thèse de doctorat C. BELEBCHOUCHE**

D'après les spectres IR (annexes 36, 37) obtenu par l'auteur il a noté la présence des bandes correspondant à la vibration de la liaison Si-O à plusieurs positions, cette liaison peut provenir du quartz ( $SiO_2$ ) des C-S-H et/ou à l'ajout du sable normalisé siliceux. La grande intensité de ces bandes larges masque la présence de certains composés à savoir les liaisons Métal-Oxygène (M-O) [61] et l'eau libre. La bande observée autour de  $1645\text{ cm}^{-1}$  correspond à l'eau intermoléculaire [62]. Il a aussi noté l'apparition de la bande caractéristique des C-S-H qui est le résultat des réactions d'hydratation.

La détection de la bande caractéristique de la portlandite autour de  $3644\text{ cm}^{-1}$  est confirmée par la DRX.

#### **3. Mémoire de master de F. KHOUAN et Z. LEBDIRI**

D'après les spectres IR (annexe 38) que les auteurs ont obtenu, il a observé la présence des bandes correspondant à la vibration de la liaison Si-O, cette liaison peut provenir de quartz et des C-S-H.

Ils ont constaté aussi l'apparition de la bande caractéristique des C-S-H qui est le résultat des réactions d'hydratation. La détection de la bande caractéristique de la portlandite est confirmée par le DRX.

### **III.2.2.7. Analyse par Microscope Electronique à balayage (MEB- EDX)**

#### **2. Thèse de doctorat de C. BELEBCHOUCHE**

L'analyse MEB-EDX (annexes 39, 40) réalisée sur les matériaux stabilisés/solidifiés étudiés montre une surface hétérogène cristallisée sous formes de grains de nuance blanchâtres et grisâtres. Les spectres EDX (annexes 39, 40) montrent la présence des pics intenses de calcium, silicium et l'oxygène

qui sont les composants principaux de l'ettringite, les monosulfoaluminates, la portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), le silicate de calcium hydraté C-S-H ( $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ ), le sable normalisé ( $\text{SiO}_2$ ), la calcite  $\text{CaCO}_3$  et quelques composants du déchet. Les spectres MEB-EDX montrent la présence des métaux lourds dans la structure des matériaux S/S, ce qui confirme les résultats du TLM, montrant l'efficacité du traitement par stabilisation/solidification par liants hydrauliques.

On note que les analyses MEB-EDX ont été effectuées à la fin de l'essai TLM, les blocs (F4M et F4P) ont été récupérés et broyés, plusieurs analyses MEB-EDX ont été effectuées sur les matériaux F4M et F4P. Les résultats obtenus pour l'ensemble des spectres convergent vers les mêmes conclusions.

### III.2.2.8. Analyse minéralogique (DRX)

#### 2. Thèse de doctorat de C. BELEBCHOUCHE

L'analyse DRX des échantillons sélectionnés (annexes 41, 42, 43 et 44) montre la présence de la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et de l'ettringite qui sont le résultat de réactions d'hydratations [63]. Des bosses amorphes ont été observées sur les spectres DRX ( $20^\circ < 2\theta < 50^\circ$ ), elles peuvent être souscrites au C-S-H qui sont affirmées par des analyses semi-quantitatives [64]. L'alite et la bélite ont été observés indiquant la présence des grains de ciment anhydre dans le matériau. Les phases  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  et  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  ont été détectées, elles sont formées pendant l'hydratation du ciment par substitution du calcium par le zinc et le plomb [65]. Cette analyse, montre aussi la formation d'autres phases complexes, inexistantes dans les matériaux sains, qui montrent l'efficacité du procédé dans le piégeage du nickel, du chrome, du plomb et du zinc dans la structure du matériau S/S. Cette formation de nouvelles phases dû à l'effet de l'hydratation du ciment et aux diverses interactions entre éléments chimiques réduit considérablement le caractère polluant du déchet.

#### 3. Mémoire de master de F. KHOUAN et Z. LEBDIRI

L'analyse DRX de l'échantillon E5 (annexe 45) montre la présence de la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et de l'ettringite qui résultent de réactions d'hydratation. Les phases  $\text{Zn}(\text{OH})_3$  et  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  ont été détectées, elles sont formées pendant l'hydratation du ciment par substitution du calcium par le zinc et le plomb. Cette analyse, montre aussi la formation d'autres phases complexes.

**4. Article de C. BELEBCHOUCHE, K. MOUSSACEB, A. HAMMOUDI et A. TAHAKOURT (cas de l'unité de SANIAK)**

L'analyse DRX des échantillons sélectionnés (annexe 46) montre la présence de la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , et l'ettringite qui sont le résultat de réactions d'hydratations. L'alite ( $\text{C}_3\text{S}$ ) et la bélite ( $\text{C}_2\text{S}$ ) ont été observés indiquant la présence des grains de ciment anhydre.  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  et  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  ont été détectés grâce à la solution basique présente pendant l'hydratation du ciment qui favorise la substitution du calcium avec le zinc et le plomb [66]. Aussi, elle montre la présence du Nickel, du Chrome, du Plomb et du Zinc sous formes complexes dans la structure des matériaux expliquant la formation de nouvelles phases complexes qui diffèrent à celles détectées dans la formulation témoin, ce changement des phases est dû à l'effet de l'hydratation du ciment. Ces conclusions obtenues reflètent l'efficacité du procédé utilisé dans le piégeage et l'immobilisation des métaux lourds à l'intérieure des formulations confectionnées, ce phénomène réduit considérablement le caractère polluant du déchet brut de l'unité SANIAK.

### III.3. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons mis en évidence des expériences réalisées par nos quatre auteurs sur des mortiers et des bétons, mortiers et pâtes, mortiers+CKD, témoins, et sur d'autres matériaux obtenus par stabilisation/solidification contenant le déchet. Plusieurs tests et techniques d'analyse (TCLP, DRX, IR, MEB, ATG...etc.) ont été réalisés sur nos lixiviats et éprouvettes afin de rendre les résultats comparables et cela pour évaluer cette technique de traitement.

Ces tests visent à faire la lumière sur l'impact de l'ajout des déchets industriels toxiques de l'unité BCR et de l'unité SANIAK sur les propriétés physiques et mécaniques. L'exploitation des résultats de ces tests nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- ✓ Les déchets de l'unité de BCR et SANIAK sont classés comme des déchets dangereux et ultimes dû à la présence des métaux lourds en grande proportion. A cet effet, ces déchets doivent subir un traitement de Stabilisation/Solidification par les liants hydrauliques afin de diminuer leur caractère polluant nocif.
- ✓ Le déchet brut a été stabilisé/solidifié par un liant hydraulique. Il a été constaté que l'ajout du déchet accélère la prise des pâtes à ciment.
- ✓ L'ajout du déchet de l'unité BCR et SANIAK dans les matrices cimentaires diminue le taux de retrait ce qui est considéré comme un gain avantageux limitant la fissuration des blocs après leurs durcissements avant de les mettre dans les centres de stockage des déchets ultimes.
- ✓ La mise en contact des matériaux cimentaires contenant du déchet avec l'eau augmentent le taux du gonflement et peuvent induire la lixiviation en quantité très importante des métaux toxiques vers le milieu environnant. A cet effet, pour remédier à cette problématique, le recours aux tests de lixiviation est inévitable pour assurer une bonne évaluation du procédé de stabilisation / solidification par les liants hydrauliques.
- ✓ Les matériaux témoins (sans l'ajout du déchet) présentent des résistances élevées par rapport aux matériaux dopés par le déchet.
- ✓ La présence du déchet au sein de nos matériaux participe dans la chute des résistances mécaniques.
- ✓ Les résultats obtenus en termes de quantités des métaux lourds lixiviés pendant 64 jours (test normalisé équivalent à 96 ans de relargage) par rapport au contenu total dans le matériau dans les quatre milieux d'études (neutre, basique, acide et sulfaté) et par rapport au contenu total du déchet à l'état brut, démontrent l'efficacité du procédé adopté pour la S/S du déchet de l'unité BCR et SANIAK par les liants hydrauliques.
- ✓ Les taux des métaux lourds relargués dans le milieu sulfaté sont supérieurs à ceux relargués dans

les milieux neutre, basique et acide, ceci est dû à la force ionique élevée de la solution sulfatée par rapport à celle des autres milieux. Les sulfates réagissent avec les différentes phases de ciments hydratés et engendrent la précipitation des espèces secondaires (l'ettringite et le gypse). Ces derniers induisent l'apparition de pression de cristallisation et de fissures dans les blocs. L'accroissement de la porosité augmente la surface réactive (solution-solide) en augmentant la libération des polluants.

# CONCLUSION GENERALE

## CONCLUSION GENERALE

Notre étude s'intitule dans une perspective de prédiction a moyen et long terme du comportement a la lixiviation, obtenue par la stabilisation/solidification des déchets contenant des métaux lourds en trace tel que le Nickel. L'objectif de cette étude est l'application d'une méthodologie simple permettant de caractériser le comportement du déchet a la lixiviation, ainsi que suivre la cinétique de relargage des espèces chimiques de caractère polluantes présentent dans la matrice cimentaire dans les différents tests de lixiviation.

L'étude des matériaux synthétisés en utilisant les procédés de stabilisation/solidification des déchets, a l'aide des liants hydrauliques a pour objectifs :

- ✓ L'amélioration de l'état des connaissances concernant la faisabilité de la stabilisation/solidification des métaux en trace par liants hydraulique.
- ✓ La proposition d'une boîte a outils d'évaluation :
  - Des caractéristiques physiques, structurales et mécaniques de ces matériaux
  - Du transfert des polluants en scénario de lixiviation.

Ces objectifs ont participé amplement à l'amélioration de nos connaissances sur la faisabilité de la Stabilisation/Solidification des déchets industriels riches en métaux lourds par des liants hydrauliques pour qu'ils soient admissibles dans les centres de stockage de déchets ultimes.

A travers cette étude, un ensemble de conclusions a été tiré. On cite essentiellement :

- ✓ Les résultats de caractérisation du déchet de l'unité BCR et de l'unité SANIAK montrent que ces derniers on un caractère polluant (riche en métaux lourds, en particulier le nickel : leurs concentrations dépassent de très loin la norme exigée), d'où le fait que leur stabilisation/solidification est inévitable;
- ✓ Les temps de début et de fin de prise ont facilement permis d'enregistrer des variations de temps de prise en fonction de la quantité de déchet ajoutée dans la matrice, montrant en général que les réactions d'hydratation sont accélérées.

- ✓ Les résultats de résistance mécanique (à la compression) s'avèrent très acceptables car ils répondent à la norme en vigueur et ils sont influencés par la présence (nature et teneur) des polluants. Ainsi, il apparaît que les matériaux dopés par le déchet ont des résistances faibles par rapport aux matériaux témoins (sans l'ajout du déchet). Ce résultat a été confirmé par les résultats du degré d'hydratation, calculé à partir des analyses ATG.
- ✓ L'immersion des matériaux d'études dans l'eau a favorisé le phénomène de gonflement au sein des matrices cimentaires. Ce dernier a induit à une libération des quantités très importantes des métaux toxiques vers le milieu environnant. Cette problématique a nécessité le recours aux tests de lixiviation pour assurer une bonne estimation environnementale du procédé de stabilisation/solidification par les liants hydrauliques.
- ✓ L'utilisation du test de lixiviation sur monolithe (TLM) dans des milieux neutre (eau pure), sulfaté, acide et basique a permis la détermination des paramètres contrôlant le relargage des espèces chimiques.
- ✓ Les essais TLM, menés sur des mortiers et bétons à base du ciment CEM II, des mortiers et pâtes à base du ciment CEM I, de la pâte cimentaire à base du ciment CEM I (immergés dans un milieu sulfaté, acide, basique et neutre), ont mis en évidence pour le milieu sulfaté: le relargage de flux importants, de métaux lourds (nickel, chrome et plomb), par rapport aux autres milieux d'étude.
- ✓ Le matériau soumis au milieu sulfaté consomme une partie des sulfates de la solution externe (une diffusion des sulfates vers le cœur de la matrice cimentaire). Ce phénomène entraîne des précipitations d'espèces secondaires, créant ainsi des fissures au niveau du bloc qui accélère la dégradation des matériaux cimentaires et le relargage des polluants toxiques vers le milieu environnant en quantité considérable.

REFERENCES  
BIBLIOGRAPHIQUES

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [01] Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement-Algérie (2014) : Principaux textes législatifs et réglementaires.
- [02] Rushbrook, P., & Pugh, M. (1999). Solid waste landfills in middle and lower-income countries: a technical guide to planning, design, and operation. The World Bank.
- [03] ADEME (2000a). Atlas des déchets en France 2ème édition (données et références). ADEME éditions, Paris, 27 pages, 2000.
- [04] DECHET\_AGRICOLE\_ID1191.html, Disponible sur le site <https://www.dictionnaire-environnement.com/>
- [05] DEFINITION/déchet\_radioactif.php, Disponible sur le site [https://www.actuenvironnement.com/ae/dictionnaire\\_environnement/](https://www.actuenvironnement.com/ae/dictionnaire_environnement/)
- [06] Alain,D. (2006). Guide du traitement des déchets
- [07] DESACHY. C, 2001. Les déchets (sensibilisation à une gestion écologique. Paris 2ème édition. 68 p.
- [08] LEROY. JB., 1997. Les déchets et leurs traitements : les déchets solides industriels et ménagers. Edition : Presse Universitaires de France, Paris, 3ème édit. 127 p
- [09] Sénat. « Caractérisation des métaux lourds. Les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé ».
- [10] Claude Ferrieres « émission industrielle dans l'atmosphère », Parc technologique ALATA.B.P. N002.60550 Verneuil-en-Halatte, France.
- [11] LOUIS Lacourcelle, « Nickelage chimique(M1565), Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux», vol.7, 1995,13p.
- [12] Nickel - Ni Propriétés chimiques - Impact du nickel sur la santé - Impact du nickel sur l'environnement, Disponible sur le site <https://www.lenntech.fr/francais/data-perio/ni.htm>
- [13] [http://www.inertec.fr/inertec/inertec\\_fr.nsf/site/Stabilisation-solidification.Procedes-de-stabilisation-et-solidification](http://www.inertec.fr/inertec/inertec_fr.nsf/site/Stabilisation-solidification.Procedes-de-stabilisation-et-solidification)

- [14] KRAA N , LAIDI A. « Stabilisation/solidification d'un déchet réel par un liant hydraulique et une matrice géopolymère » . Mémoire, université de Bejaia, 2015/2016
- [15] Arrêtés du 18 février 1994. Journal officiel de la République Française, 26 avril 1994, NOR : ENVP9430072A et 3A, p.6117-24
- [16] CHAABANE L « Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets ultimes stabilisés/solidifiés par des liants hydrauliques » Thèse Magister, 2014.
- [17] Jolicoeur, C. and Simard, M.A. Chemical Admixture. Cement Interactions: Phenomenology and Physico-chemical Concepts. Cement and concrete Research, 1998, Vol.20, pp 87-101.
- [18] ADDOU Ahmed traitement des déchets valorisation, élimination .Ouvrage édition 2009.
- [19] Q.Y.Chen a, M.Tyrer b, collines c, X.M .Yang a, P.Carey c de CD "Gestion des déchet 29 (2009) 390-403 Immobilisation de métal lourd dans ciment-based solidification /stabilisation . 18 janvier 2008 admis 25 maras 2008 accessible en ligne.
- [20] Arrêté ministériel du 30 décembre 2002 modifié : stockage des déchets dangereux
- [21] Catherine Fantozzi-Merk, Thèse en sciences et Technique du déchet n° d'ordre : 03ISAL0038/2003. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- [22] BEN GHAZY ZIED : « Mécanismes d'action des fines et des granulats de verre sur la réaction alcali-silice et la réaction pouzzolanique » ; thèse de magister, université de Msila 2007/2008.
- [23] BOUGLADA MOHAMED SALAH « Effet de l'activation du ciment avec ajout minéral par la chaux fine sur le comportement mécanique du mortier » ; thèse de magister, université de Msila 2007/2008.
- [24] DAVID GONZALEZ « Durabilité des assemblages colles du génie civil : effets du vieillissement hygrothermique aux échelles micro- et macroscopiques ».
- [25] COURS EN LIGNE, Matériaux de construction, Les ciments, Chapitre 2, Disponible sur site web <<http://www.coursenligne.refer.org/>> ,
- [26] AFNOR (2000) Ciments -partie 1 : Composition, spécifications et critères et conformité des ciments courants EN 197-1.
- [27] J. BROCARD, « Encyclopédie pratique de la construction et du bâtiment », Tome I, Librairie Aristide Quillet, 1972, P 813,815.

- [28] J. BARON, J.P. OLLIVIER et J.C. WEISS, « Les bétons, bases et données pour leur Formulation », Edition Eyrolles, Troisième tirage, 1999, P 3-12.
- [29] BOUALI KHALED, « Elaboration et caractérisation thermomécanique des mortiers a base d'ajouts de déchets de briques réfractaire ». Mémoire. Université de Boumerdes 2013 /2014
- [30] SLIMANE .S, NOUNA .K, « Valorisation de rejet de broyage de minerai phosphate de gisement de Kef Es Sennoun de la mine de Djebel Onk (Tébessa) dans le mortier ». Mémoire, Université de Bejaia 2016/2017.
- [31] COURS DE MDCI, Chapitre IV Les mortiers, Disponible sur site web <https://ft.univ-setif.dz/externe/departements/gc/cours/mortiers.pdf>
- [32] KACI.A, AMOKRANE.H « Caractérisation physico-chimique des déchets industriels stabilisés/solidifiés par des liants hydraulique », mémoire, université Bejaia 2011/2012
- [33] YAZID Bouzeboudja, YUCEF Bachedi. « Caractérisation de déchet de l'unité BCR en vue de sa stabilisation/solidification par des liants hydrauliques », mémoire, université de Bejaia, 2007/2008.
- [34] ASSIA Benyoub, AMEL Berkouki « Impact de la Stabilisation/Solidification sur la cinétique de relargage des métaux lourds dans les matériaux poreux », mémoire, université de Bejaia 2012/2013.
- [35] D.MERABET et ALL, « Homogénéisation et calcul de mélange des matières premières à ciments projet de recherche », J0601/01/05/1996 et AC39704, laboratoire de technologie des matériaux, Université de Bejaia, 2003.
- [36] J.RODIER, « Analyse des eaux naturelles eaux résiduaires eaux de mer », 7<sup>ème</sup> EDITION, DUNOD, 1984.
- [37] JEAN MARIE KANDA NTUMBA : « Etude de la flottabilité de la malachite a l'aide de l'amyloxanthate de potassium et des acide gras. Cas d'étude :flottation du minerai oxydé de kamfundaw au katanga en rd congo », thèse de doctorat, université de liege 2012.
- [38] JEAN MARIE KANDA NTUMBA : « Etude de la flottabilité de la malachite à l'aide de l'amyloxanthate de potassium et des acides gras. Cas d'étude : flottation du minerai oxydé de Kamfundwa au katanga en rd Congo, thèse de doctorat, université de Liege 2012.

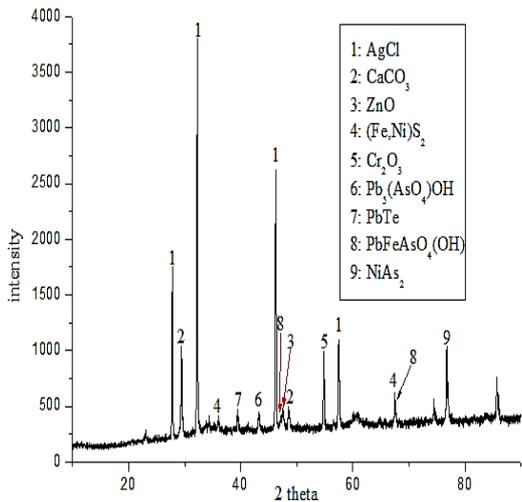
- [39] : BOURRELIER,P.BERTHELIN, J. Contamination des sols par les éléments en traces : les risques et leur gestion. Rapport n°42 à l'Académie des Sciences. Paris, France : Lavoisier Tec&Doc, p440, (2008).
- [40] BAIZE, D. Teneur totale en éléments traces métalliques dans les sols. Edition INRA, (France) p 408, (1998).
- [41] Sid Ali TROUM, Mounir BELBACHIR, « stabilisation /solidification des métaux du déchet industriel de l'unité BCR. Brodj-Menaiel (Algerie) par un liant hydraulique (ciment/ c p j), mémoire, université de Bejaia, 2009 /2010.
- [42] Fantozzi-Merle C (2003) : « Etude de matériaux à base de liant hydraulique contenant des polluants organiques modèles: propriétés structurales et de transfert ». Dissertation, thèse de doctorat, l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- [43] AFNOR (2012) Caractérisation du déchet -Essai de lixiviation d'un déchet solide initialement massif ou généré par un procédé de solidification NF X31-21.
- [44] Deschamps T, Benzaazoua M, Bussière B, Belem T, Mbonimpa M (2006) « Mécanismes de rétention des métaux lourds en phase solide: cas de la stabilisation des sols contaminés et des déchets industriels ». Vertigo 7 : Article numéro 2
- [45] Ukrainczyk N, Vrbos N, Sipusic J (2012) Influence of metal chloride salts on calcium aluminate cement hydration. Advances in Cement Research 25 :249-262
- [46] BELEBCHOUCHE Chérif, « Etude expérimentale du comportement des matériaux cimentaires exposés à des environnements chimiquement agressifs et modélisation de la lixiviation », thèse de Doctorat – A/Mira Bejaia 2015.
- [47] Atahan HN, Oktar ON, Tasdemir MA (2009) Effects of water-cement ratio and curing time on the critical pore width of hardened cement paste. Construction and Building Materials 23:1196-1200
- [48] Zhao H, Poon CS, Ling TC (2013) " Properties of mortar prepared with recycled cathode ray tube funnel glass sand at different mineral admixture. Construction and Building Materials 40:951-960
- [49] AFNOR (2012) Caractérisation du déchet -Essai de lixiviation d'un déchet solide initialement massif ou généré par un procédé de solidification NF X31-211

- [50] Chen X, Wu S, Zhou J (2013) Influence of porosity on compressive and tensile strength of cement mortar. *Construction and Building Materials* 40 :869-874
- [51] Imyim A. (2000) « Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets stabilisés/solidifiés par liants hydrauliques ». Dissertation, thèse de doctorat, Institut National des Sciences appliquées de Lyon
- [52] Chen QY, Hills CD, Tyrer M, Slipper I, Shen HG, Brough A. (2007) Characterisation of products of tricalcium silicate hydration in the presence of heavy metals. *Journal of Hazardous Materials* 147 :817-825
- [53] Chikhi M, Balaska F, Boudraa S, Boutbiba H, Meniai AH. (2012) Experimental study of stabilization of sludge containing toxic metal by hydraulic binders. *Energy Procedia* 19 :259-268
- [54] NF X31-211, « Caractérisation du déchet-Essai de lixiviation d'un déchet solide initialement massif ou généré par un procédé de solidification » », AFNOR, 2012.
- [55] M.A. Trezza, and A.N. Scian, Waste with chrome in the Portland cement clinker production, *Journal of Hazardous Materials*, 147, 188-96, 2007.
- [56] E.E. Hekal, W.S. Hegazi, E.A. Kishar, and M.R. Mohamed, Solidification/stabilization of Ni(II) by various cement pastes, *Construction and Building Materials*, 25, 109-14, 2011.
- [57] Mounanga P (2003) « Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques ». Dissertation, thèse de doctorat, université de Nantes
- [58] Xu A (1992) « Structure of hardened cement-fly ash systems and their related properties». Dissertation, thèse de doctorat, Chalmers University of Technology of Göteborg (Cité par Mounanga P, 2003)
- [59] Thevenin G (1996) « Contribution à l'élaboration d'un système d'aide à la formulation de liants hydrauliques pour la Stabilisation/Solidification ». Dissertation, thèse de doctorat, Institut National des Sciences appliquées de Lyon
- [60] Imyim A. (2000) « Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets stabilisés/solidifiés par liants hydrauliques ». Dissertation, thèse de doctorat, Institut National des Sciences appliquées de Lyon

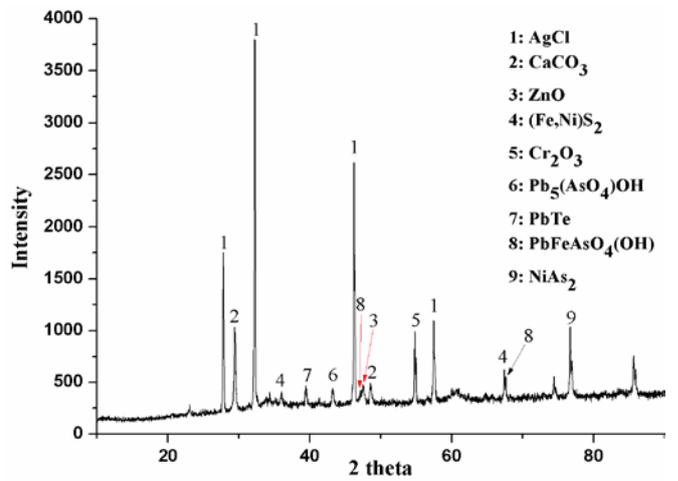
- [61] Dana G (1999) Constantes des spectres infrarouges. Les techniques de l'ingénieur K 1010
- [62] Fantozzi-Merle C (2003) « Etude de matériaux à base de liant hydraulique contenant des polluants organiques modèles : propriétés structurales et de transfert ». Dissertation, thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon
- [63] Gougar MLD, Scheetz BE, Roy DM (1996) Ettringite and C-S-H Portland cement phases for waste ion immobilization: a review. Waste Management 16 :295-303
- [64] Planel D (2002) « Les effets couplés de la précipitation d'espèces secondaires sur le comportement mécanique et la dégradation des bétons. Dissertation », thèse de doctorat, université de Marne La Vallée
- [65] Chen QY, Hills CD, Tyrer M, Slipper I, Shen HG, Brough A. (2007) « Characterisation of products of tricalcium silicate hydration in the presence of heavy metals». Journal of Hazardous Materials 147 :817-825
- [66] T. Deschamps, M. Benzaazoua, B. Bussière, T. Belem, and M. Mbonimpa, « Mécanismes de rétention des métaux lourds en phase solide: cas de la stabilisation des sols contaminés et des déchets industriels », VertigO, 7, Article numéro 2, 2006.

# ANNEXES

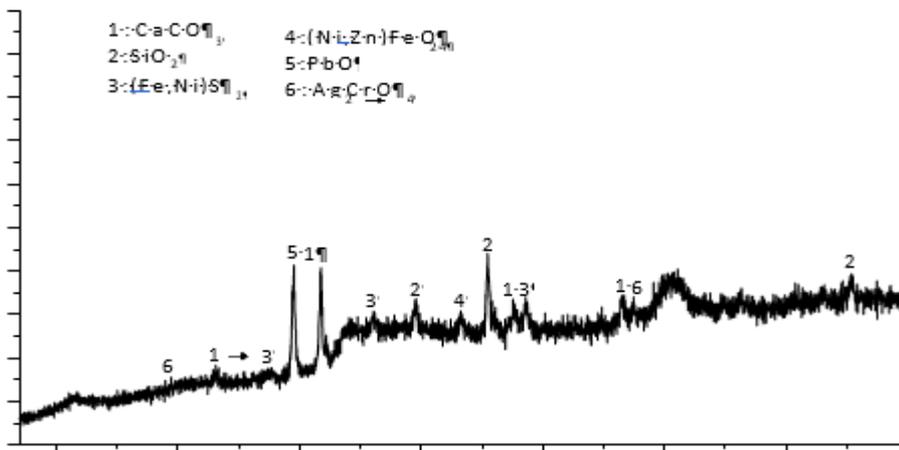
# 1. Analyse de la DRX sur le déchet



Annexe 1. Spectre DRX du déchet brut.



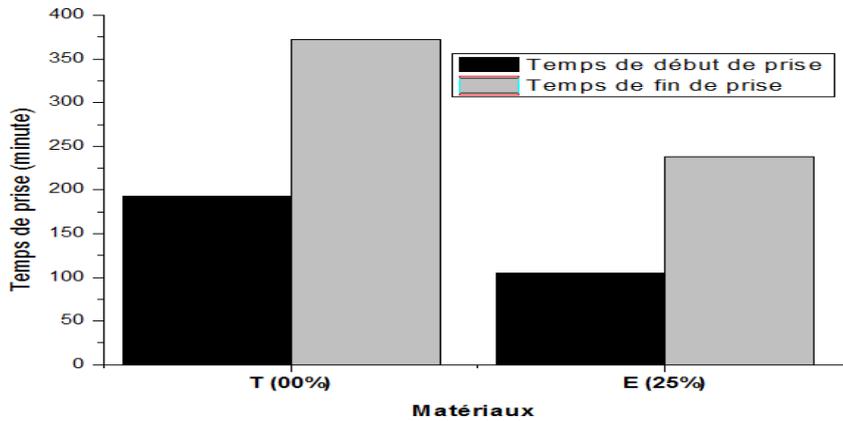
Annexe 2. Spectre DRX du déchet brut.



Annexe 3. Spectre DRX du déchet brut.

## 2. Caractérisation des matériaux solidifiés et stabilisés

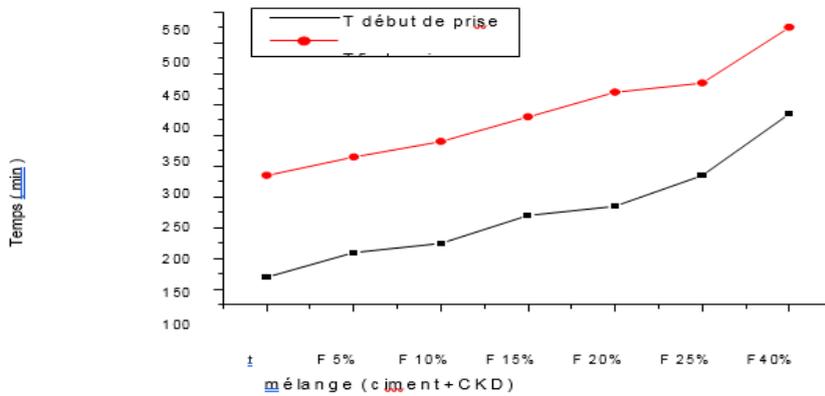
### a) Temps de prise des matériaux



**Annexe 4.** Effet du déchet réel sur le temps de prise des mortiers à ciment.

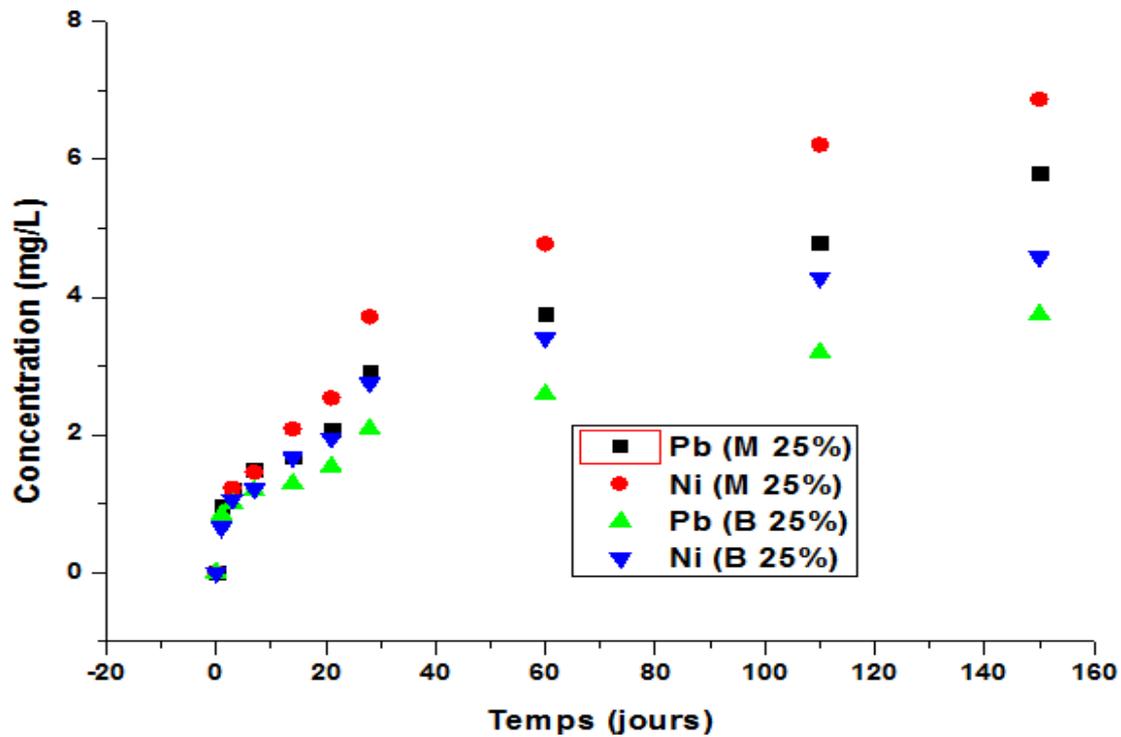
**Annexe 5.** Temps de début et de fin de prise des pâtes de ciment.

| L'élément                   | F1P  | F2P  | F3P  | F4P  | F5P  |
|-----------------------------|------|------|------|------|------|
| Temps de début de prise (h) | 4.83 | 3.45 | 3.05 | 2.05 | 1.33 |
| Temps de fin de prise (h)   | 8.50 | 7.05 | 5.95 | 4.75 | 2.10 |

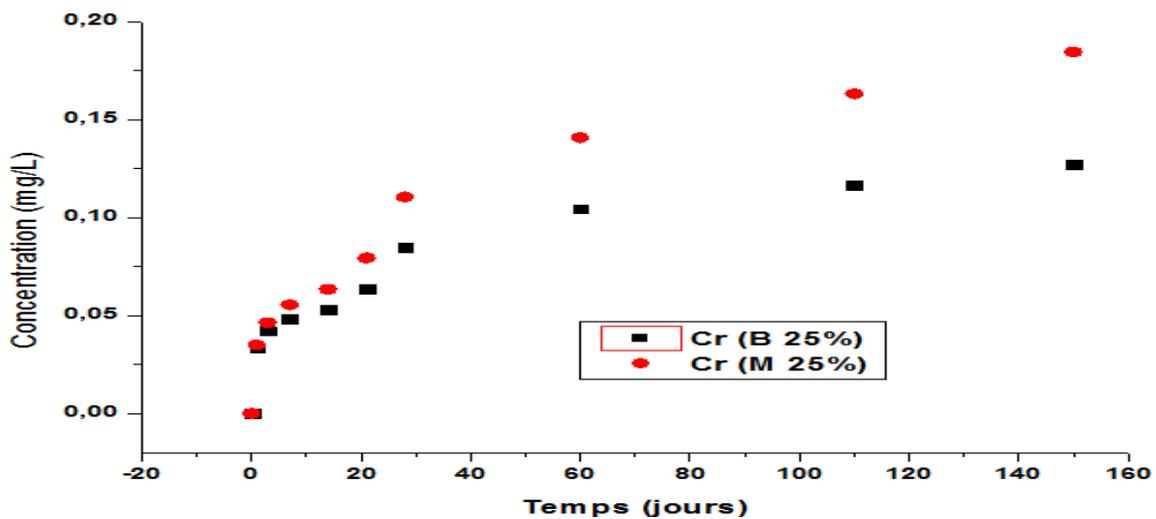


**Annexe 6.** Temps de début et de fin de prise.

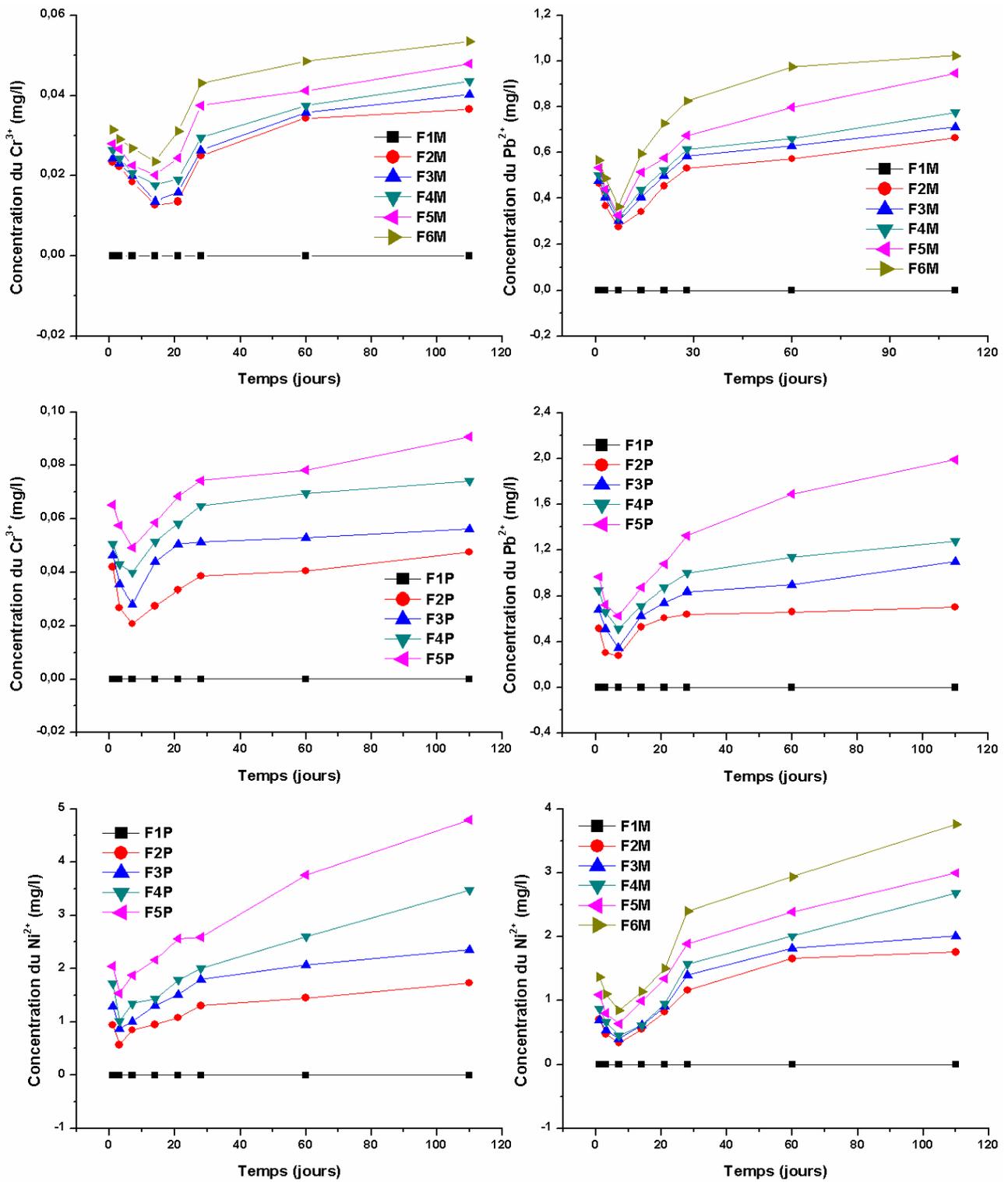
**b) Etude de relargage des espèces polluantes ( $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  et  $\text{Cr}^{3+}$ ) lors du test gonflement**



**Annexe 7.** Evolution des quantités relarguées du  $\text{Ni}^{2+}$  et  $\text{Pb}^{2+}$  en fonction du temps lors du test de gonflement.

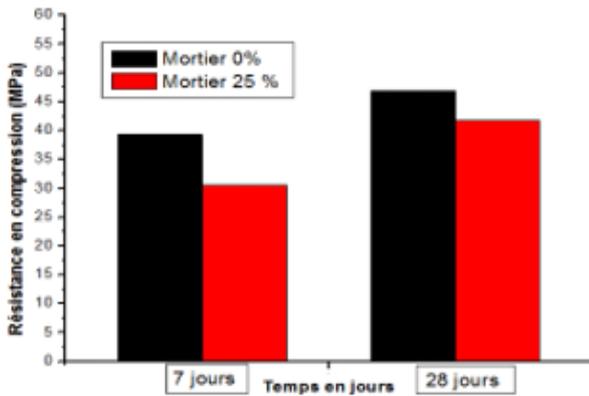


**Annexe 8.** Evolution des quantités relarguées du  $\text{Cr}^{3+}$  en fonction du temps lors du test de gonflement.

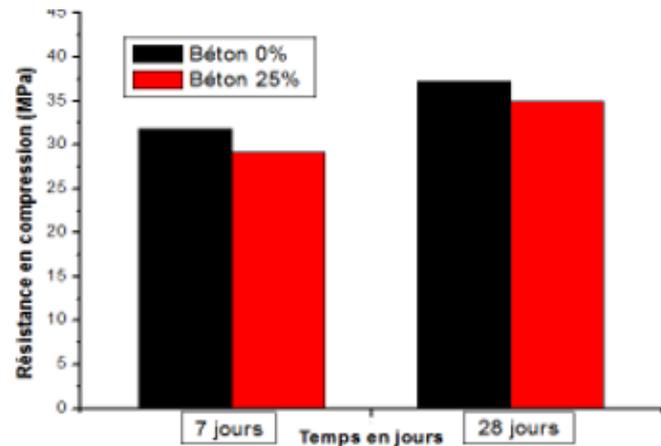


**Annexe 9.** Evolution des quantités relarguées du  $Ni^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$  et  $Cr^{3+}$  en fonction du temps lors du test de gonflement.

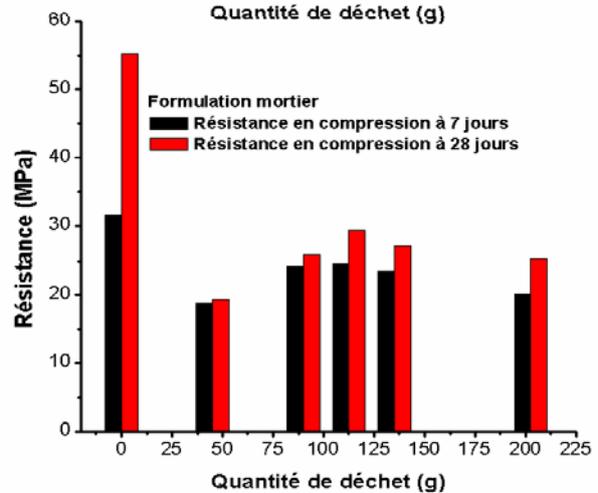
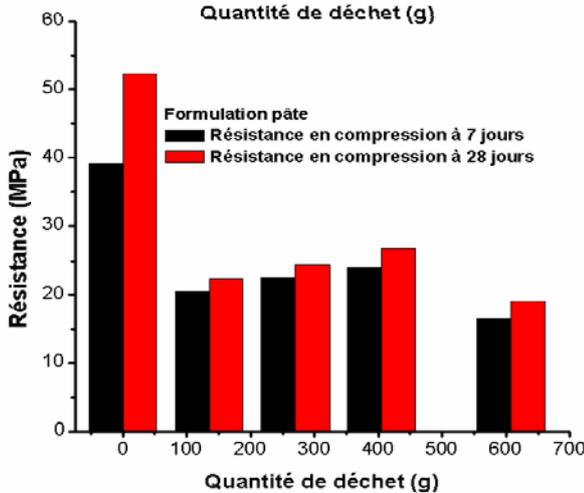
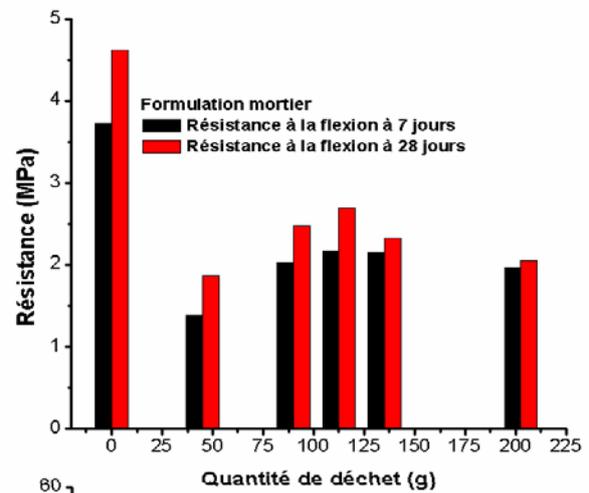
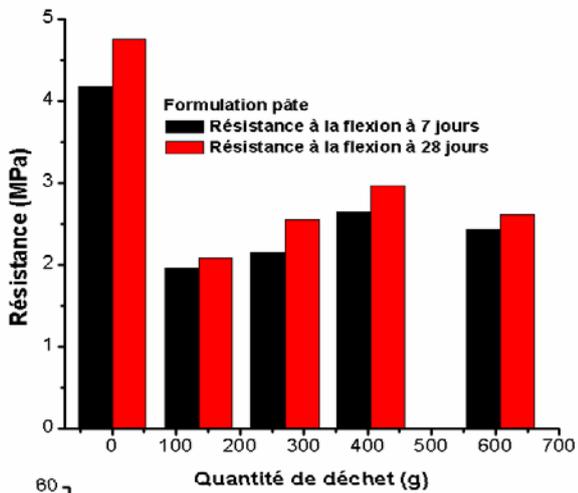
**c) Résistance mécanique des matériaux stabilisés/solidifiés**



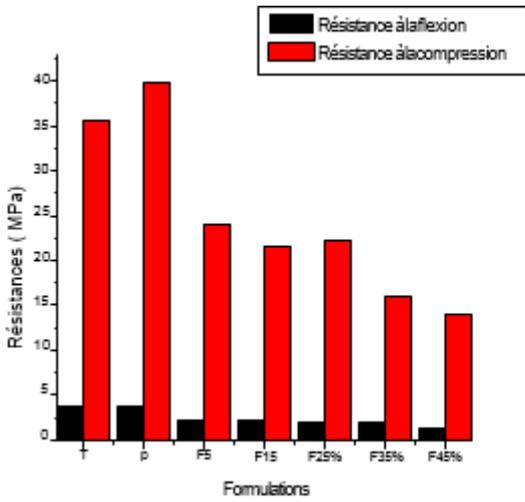
**Annexe 10.** Résistance à la compression des mortiers



**Annexe 11.** Résistance à la compression des bétons

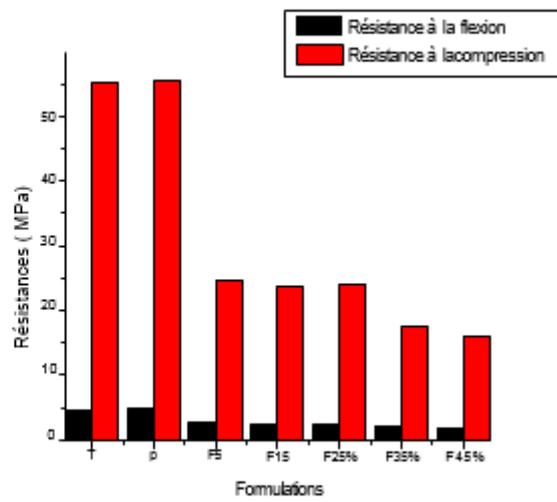


**Annexe 12.** Evolution des résistances mécaniques des matériaux stabilisés/solidifiés en fonction de la quantité de déchet ajoutée.



**Annexe 13.** Résistances mécaniques

7 jours

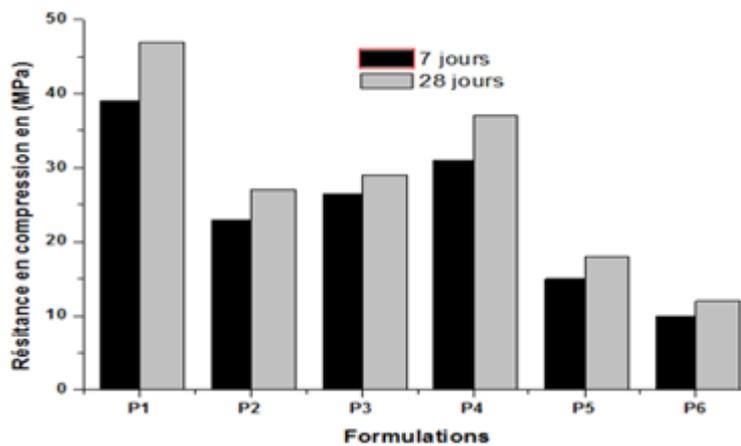


**Annexe 14.** Résistances mécaniques

28 jours

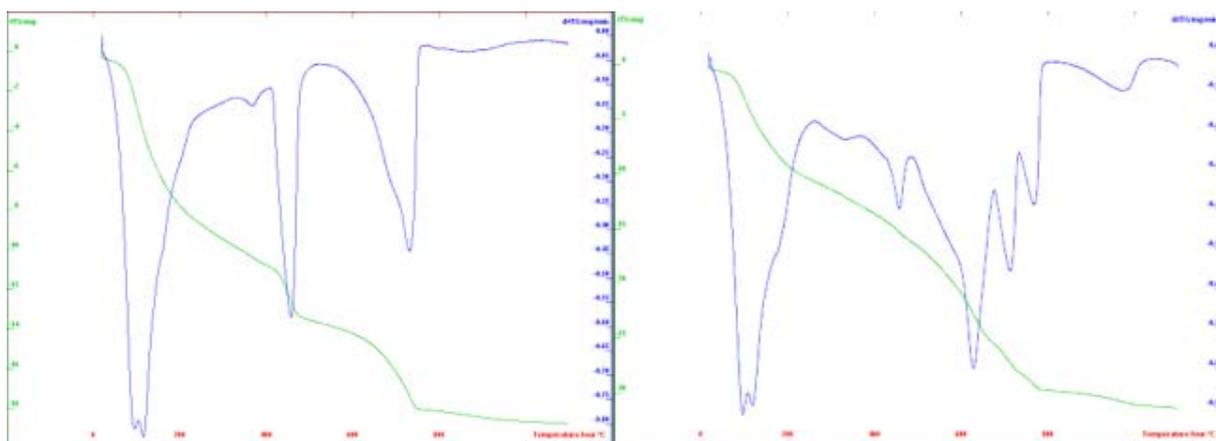


**Annexe 15.** Résistances à la flexion et à la compression après 28 jours en fonction de quantité de CKD ajoutée.



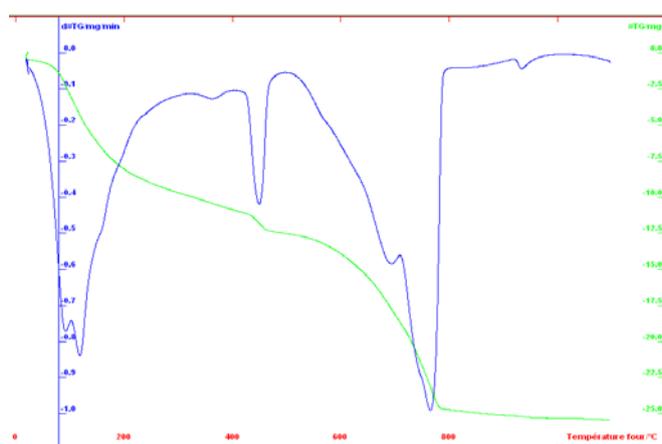
**Annexe 16.** evolution de la résistance mécanique de formulations confectionnées .

**d) Influence de l'ajout du déchet sur le degré d'hydratation des matériaux stabilisés/solidifiés**

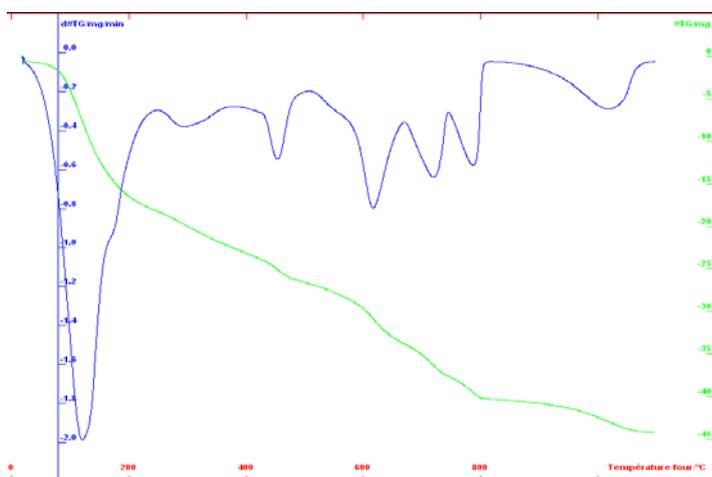


**Annexe 17.** ATG-DTG de la formulation béton B (00%)

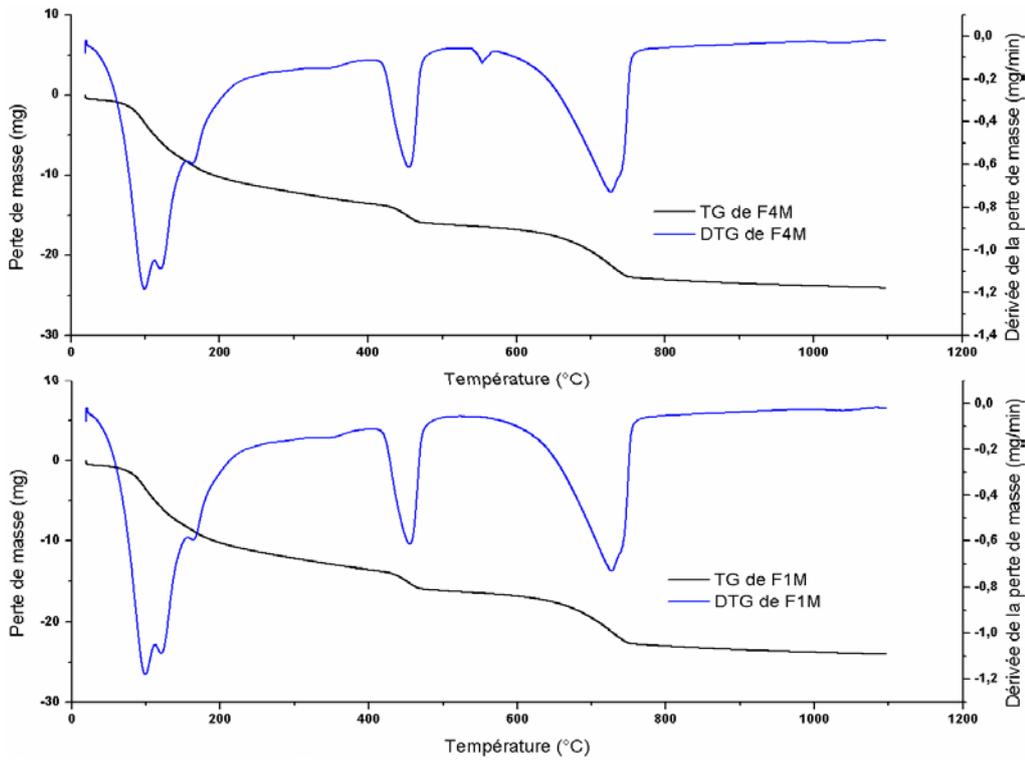
**Annexe 18.** ATG-DTG de la formulation béton B(25%).



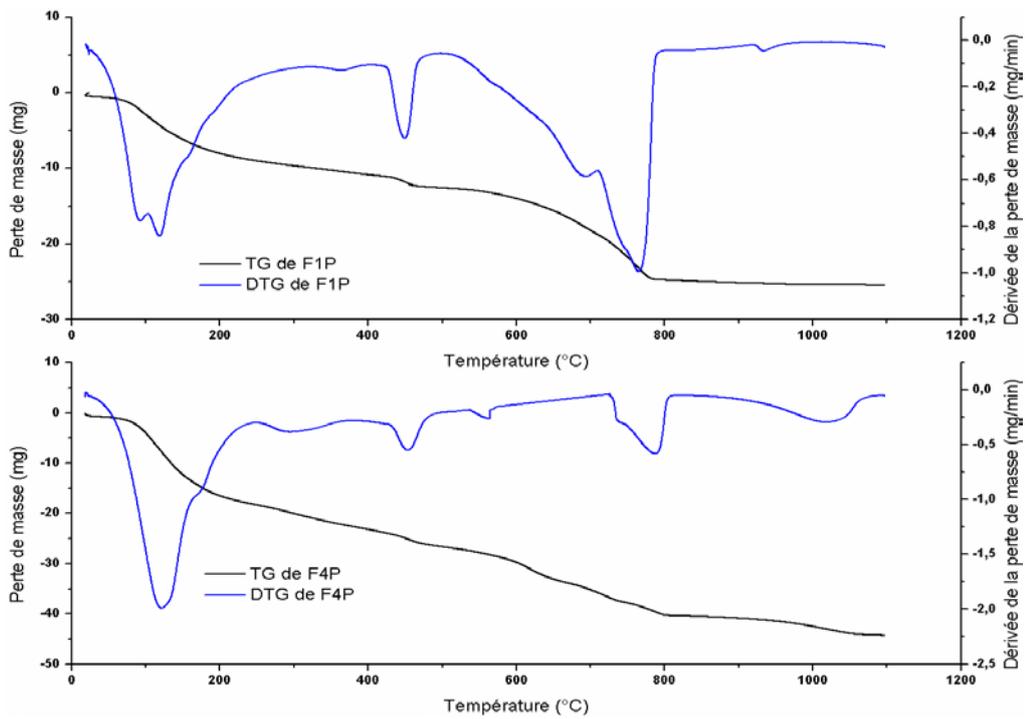
**Annexe 19.** ATG-DTG de la formulation mortier M (00%).



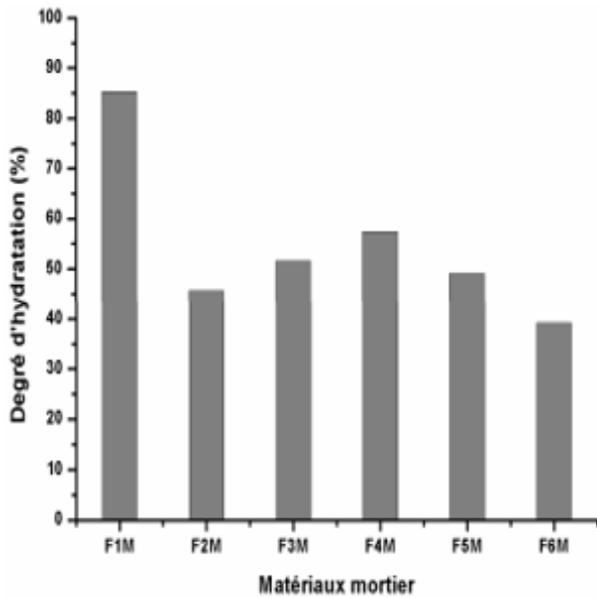
**Annexe 20.** ATG-DTG de la formulation mortier M (25%).



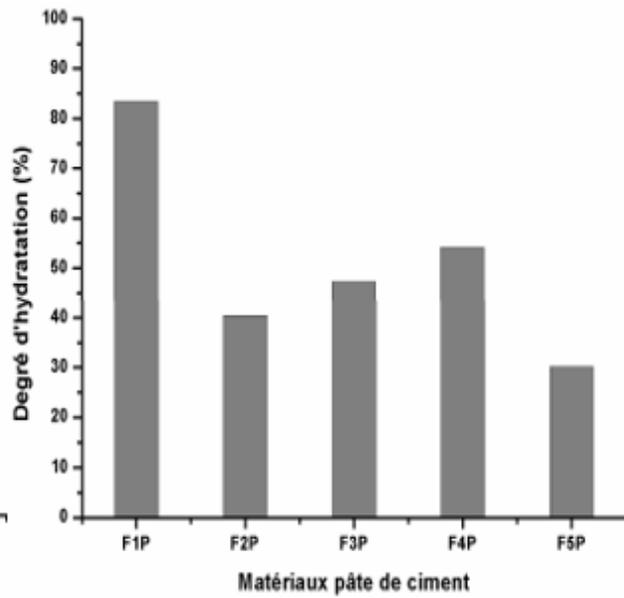
**Annexe 21.** Thermogramme des matériaux F1M et F4M.



**Annexe 22.** Thermogramme des matériaux F1P et F4P

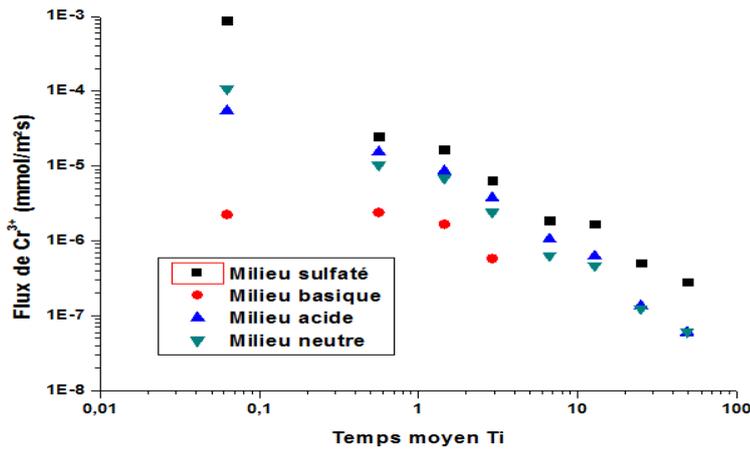


**Annexe 23.** Degré d'hydratation des mortiers.

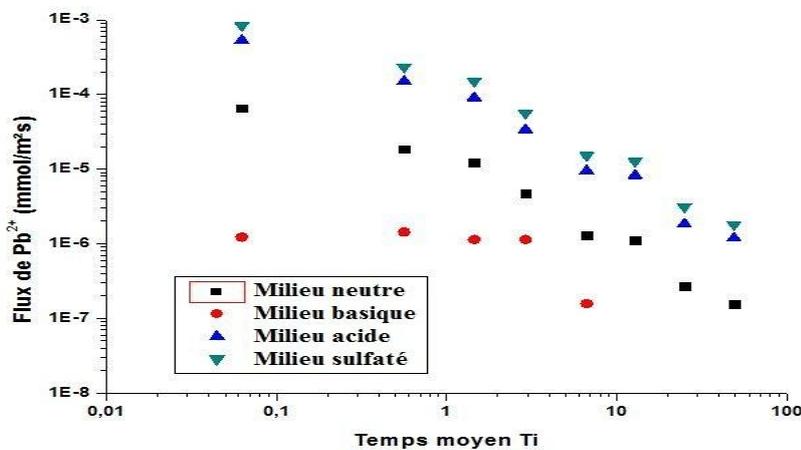


**Annexe 24.** Degré d'hydratation des pâtes de ciment.

**e) Test de lixiviation sur monolithe (TLM)**

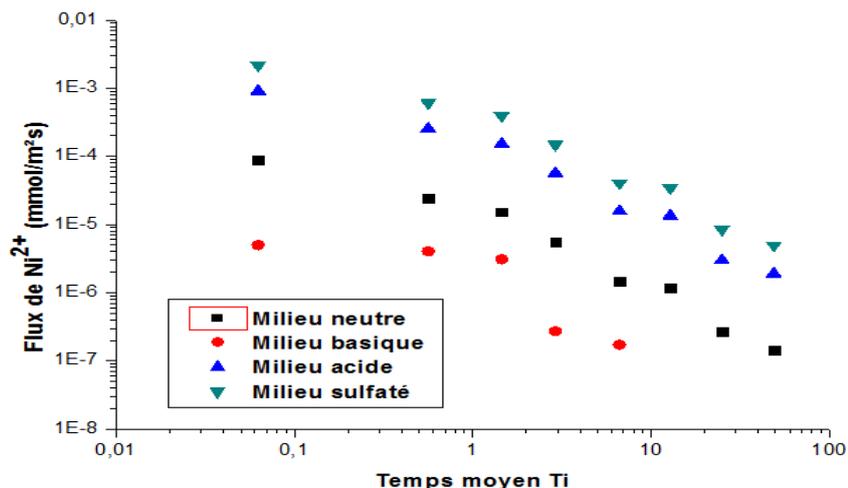


**Annexe 25.** Evolution de flux de relargage du  $Cr^{3+}$  en fonction du temps moyen  $T_i$  pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation M (25%).

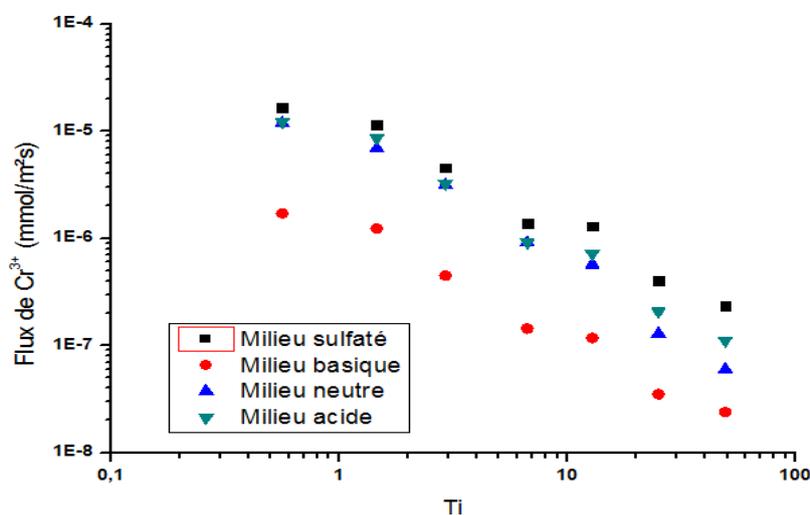


**Annexe 26.** Evolution de flux de relargage du  $Pb^{2+}$  en fonction du temps moyen  $T_i$  pendant 64

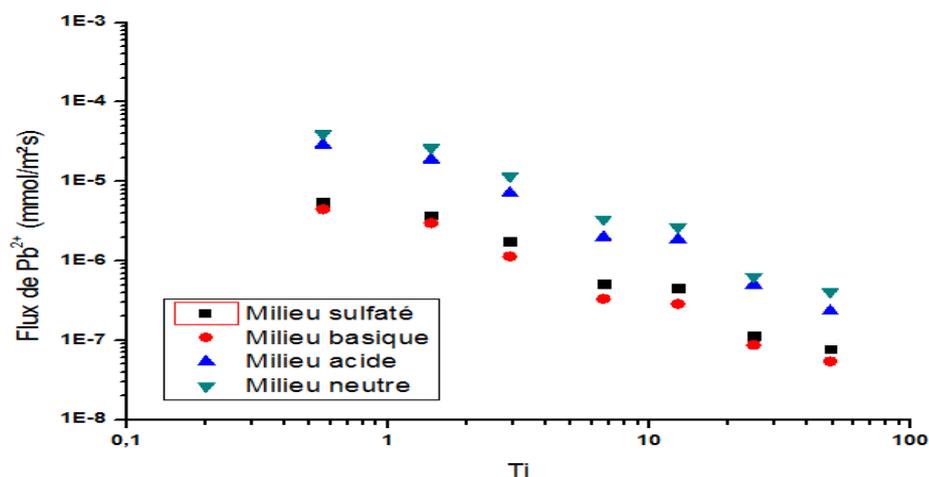
jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation M(25%)



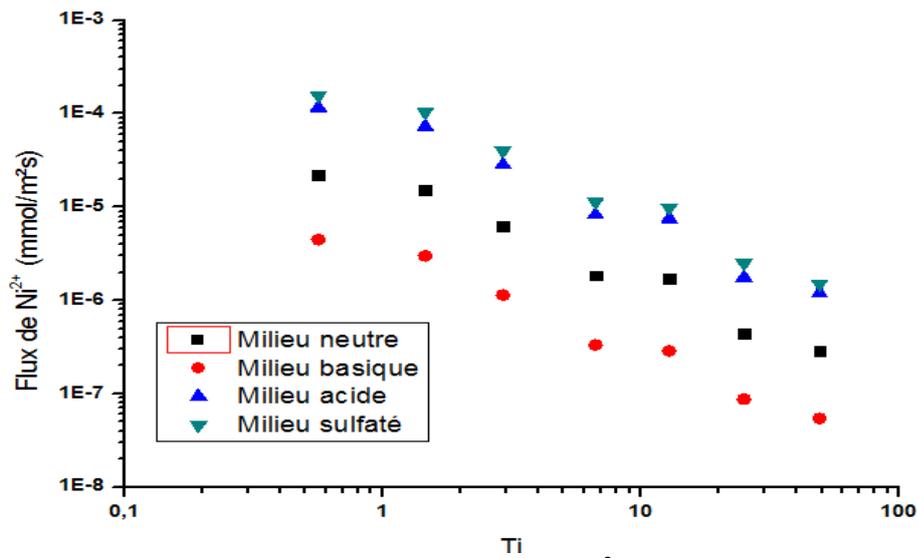
**Annexe 27.** Evolution de flux de relargage du  $\text{Ni}^{2+}$  en fonction du temps moyen  $T_i$  pendant 64 jours.



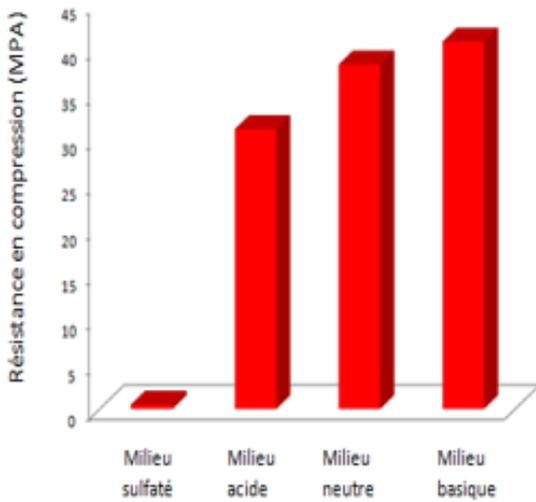
**Annexe 28.** Evolution de flux de relargage du  $\text{Cr}^{3+}$  en fonction du temps moyen  $T_i$  pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation B (25%).



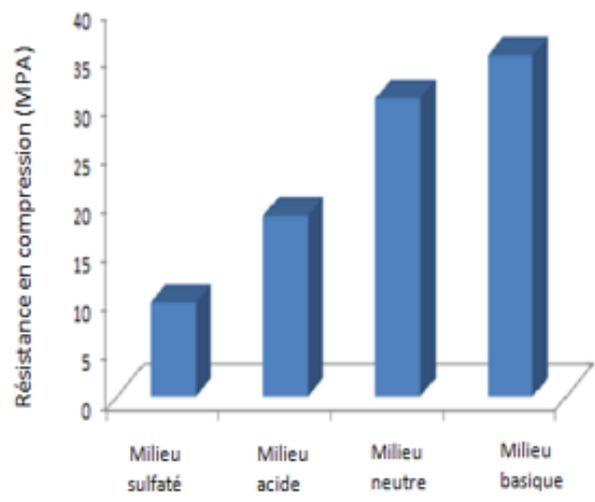
**Annexe 29.** Evolution de flux de relargage du  $\text{Pb}^{2+}$  en fonction du temps moyen  $T_i$  pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation B (25%).



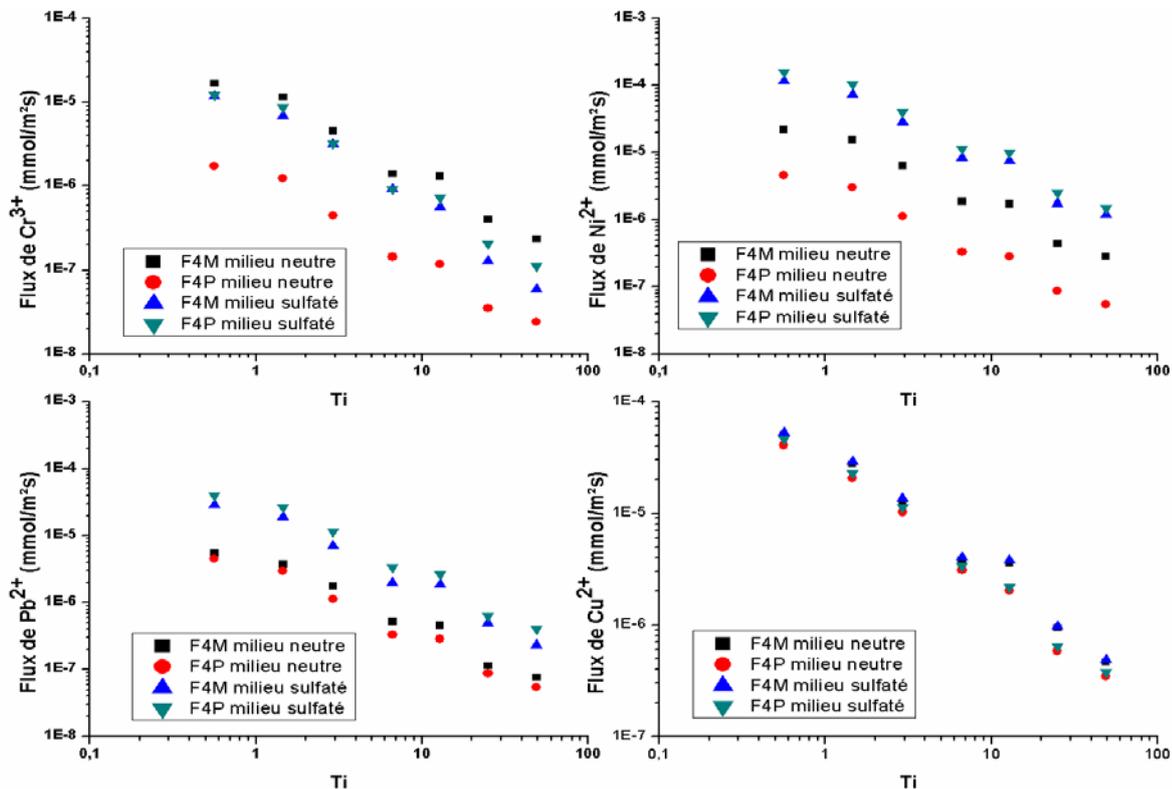
**Annexe 30.** Evolution de flux de relargage du Ni<sup>2+</sup> en fonction du temps moyen Ti.



**Annexe 31.** Résistance en compression du mortier après TLM.



**Annexe 32.** Résistance en compression du béton après TLM .



**Annexe 33.** Evolution des flux de relargage des espèces chimiques ( $Pb^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  et  $Cr^{3+}$ ) en fonction du temps moyen Ti pendant 64 jours de lixiviation.

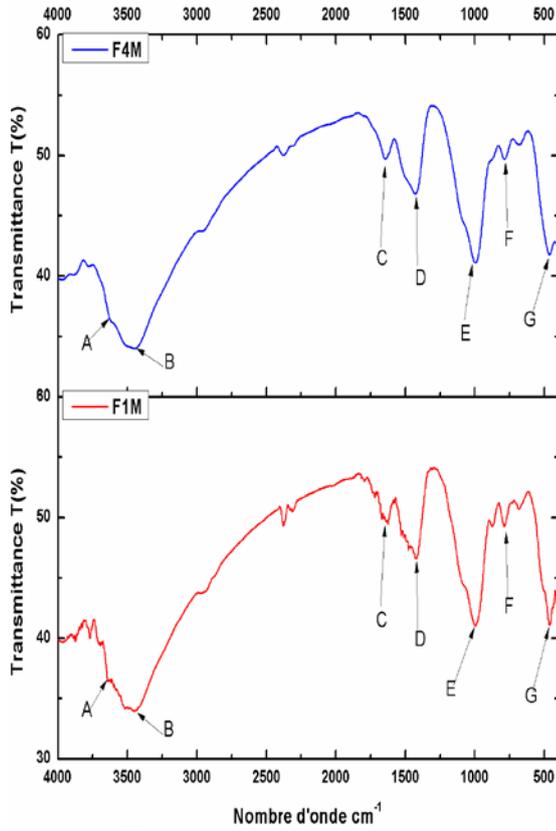
**Annexe 34.** Flux totaux relargués des espèces chimiques pour les formulations F4M et F4P pendant 64 jours de lixiviation.

|                  | S <sub>0</sub> (mmol/L) du déchet brut   |      | S <sub>0</sub> (mmol/L) du F4M |       | S <sub>0</sub> (mmol/L) du F4P   |      |                |       |
|------------------|--|------|--------------------------------|-------|--|------|----------------|-------|
| Ni <sup>2+</sup> | 417.1  |      | 217.1                          |       | 151.4  |      |                |       |
| Cr <sup>3+</sup> | 40.11  |      | 1.385                          |       | 1.221  |      |                |       |
| Pb <sup>2+</sup> | 54.89  |      | 12.14                          |       | 19.32  |      |                |       |
| Cu <sup>2+</sup> | 1.056  |      | 0.231                          |       | 0.386  |      |                |       |
|                  | Quantité relarguée pendant 64 jours de F4M (mmol/L)  |      |                                |       | Quantité relarguée pendant 64 jours de F4P (mmol/L)  |      |                |       |
|                  | Milieu neutre  |      | Milieu sulfate                 |       | Milieu neutre  |      | Milieu sulfate |       |
| Ni <sup>2+</sup> | 5.141  |      | 31.36                          |       | 6.628  |      | 43.27          |       |
| Cr <sup>3+</sup> | 0.051  |      | 0.345                          |       | 0.055  |      | 0.367          |       |
| Pb <sup>2+</sup> | 1.294  |      | 7.992                          |       | 1.749  |      | 6.482          |       |
| Cu <sup>2+</sup> | 0.001  |      | 0.001                          |       | 0.001  |      | 0.001          |       |
|                  | Taux relargué pendant 64 jours par rapport à la quantité totale relarguée à partir du déchet (%) |      |                                |       | Taux relargué pendant 64 jours par rapport à la quantité totale relarguée à partir de F4M et F4P (%) |      |                |       |
|                  | Milieu neutre  |      | Milieu sulfate                 |       | Milieu neutre  |      | Milieu sulfate |       |
|                  | F4M  | F4P  | F4M                            | F4P   | F4M  | F4P  | F4M            | F4P   |
| Ni <sup>2+</sup> | 1.23   | 1.59 | 7.52                           | 10.37 | 2.37   | 4.38 | 14.44          | 28.58 |
| Cr <sup>3+</sup> | 0.13   | 0.14 | 0.86                           | 0.91  | 3.68   | 4.50 | 24.91          | 30.06 |
| Pb <sup>2+</sup> | 2.36   | 3.19 | 9.09                           | 11.81 | 10.66  | 9.05 | 41.12          | 33.55 |
| Cu <sup>2+</sup> | 0.09   | 0.09 | 0.09                           | 0.09  | 0.43   | 0.26 | 0.43           | 0.26  |

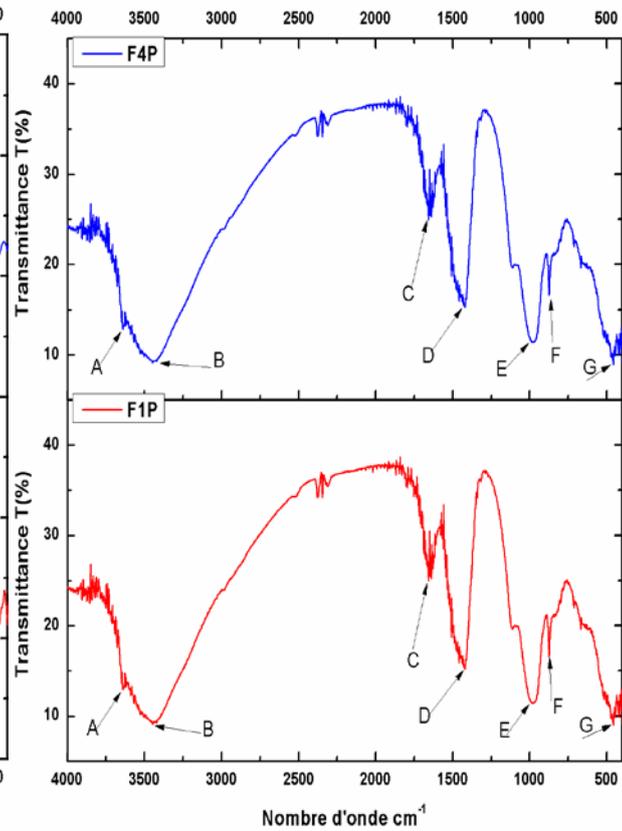
**Annexe 35.** Taux des métaux lourds retenus après le test TLM.

| Désignation          | P 1 | P 2   | P 3   | P 4   | P 5   | P 6   |
|----------------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|
| Pb <sup>2+</sup> (%) | -   | 80.03 | 85.71 | 88.94 | 46.55 | 23.52 |
| Cr <sup>3+</sup> (%) | -   | 84.42 | 90.70 | 95.32 | 61.44 | 42.15 |
| Ni <sup>2+</sup> (%) | -   | 72.18 | 73.04 | 79.64 | 53.22 | 37.37 |

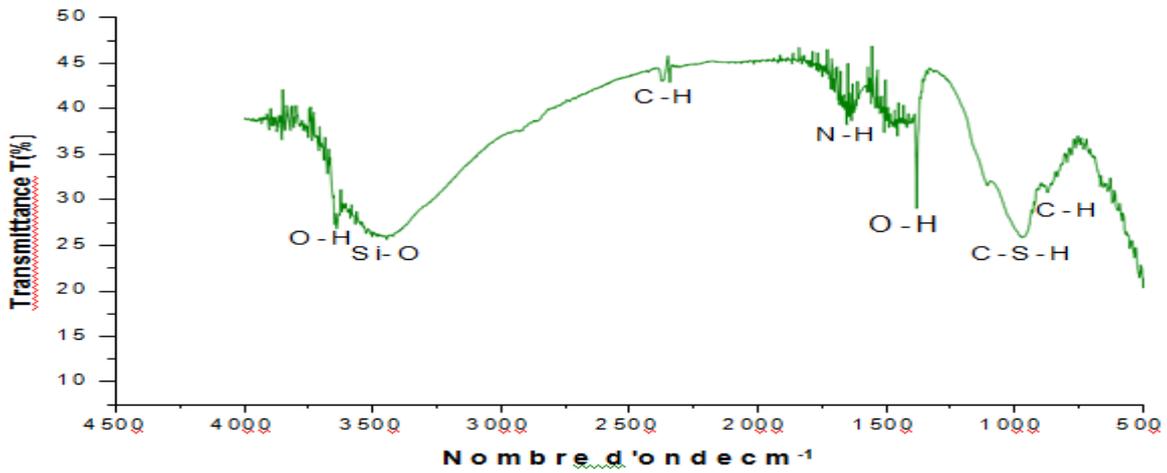
**f) Analyse infrarouge (IR)**



**Annexe 36.** Spectres IR pour les matériaux F1M et F4M.

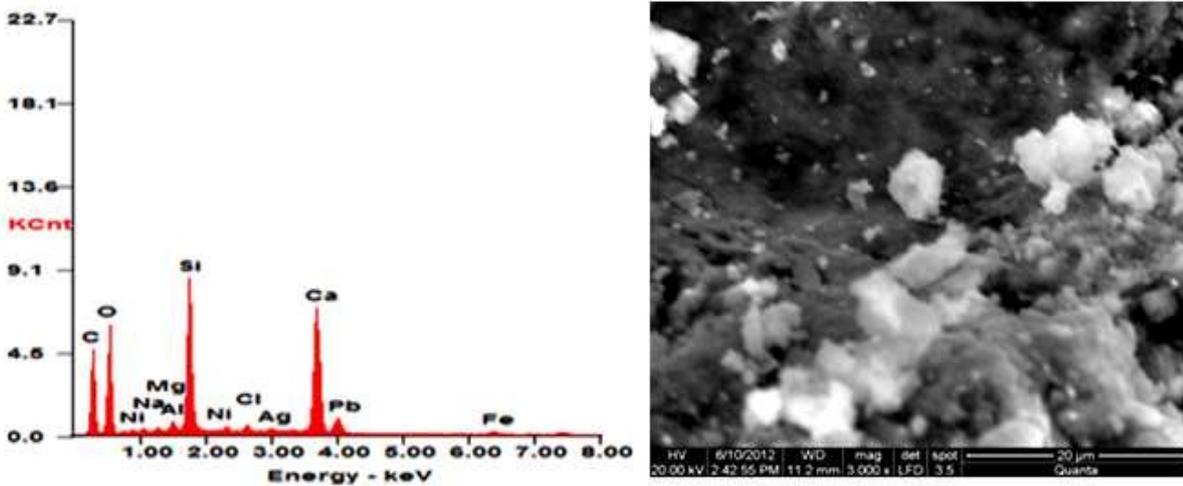


**Annexe 37.** Spectres IR pour les matériaux F1P et F4P.

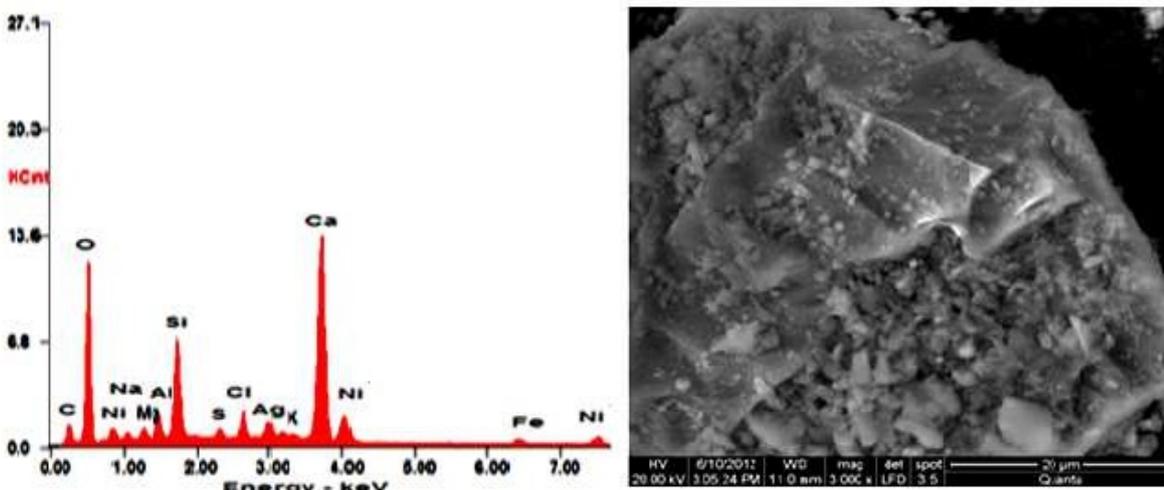


Annexe 38. Spectre Infrarouge de formulation E5.

g) Analyse par Microscope électronique à balayage (MEB- EDX)

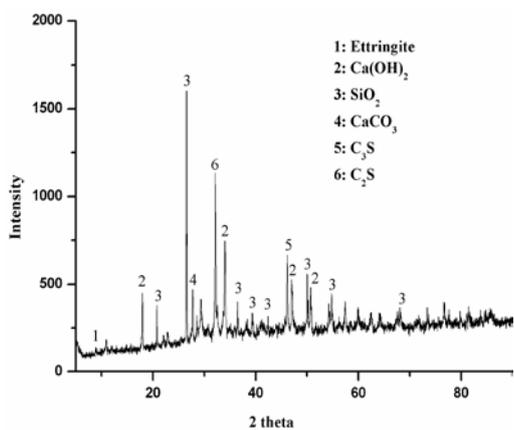


Annexe 39. Analyse MEB-EDX de F4M.

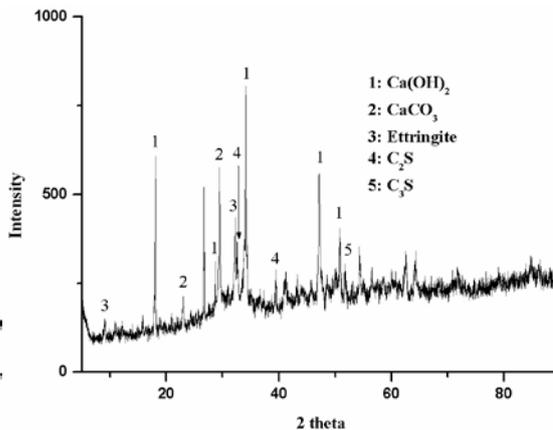


Annexe 40. Analyse MEB-EDX de F4P.

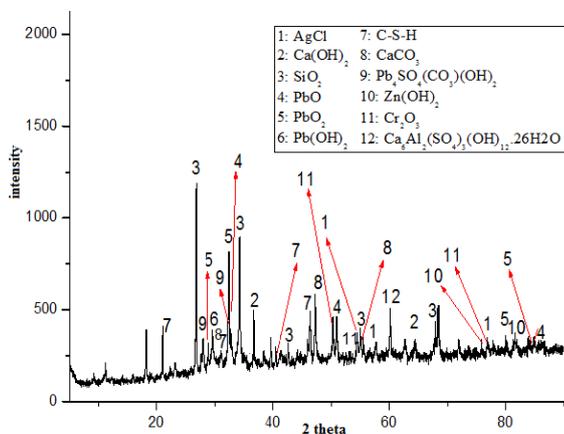
h) Analyse minéralogique (DRX)



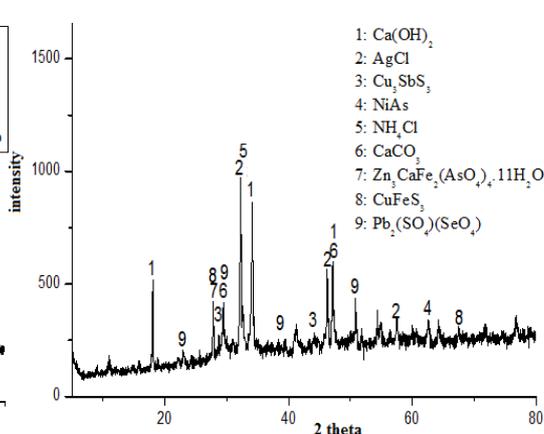
**Annexe 41.** Spectrogramme DRX pour F1P à 28 jours.



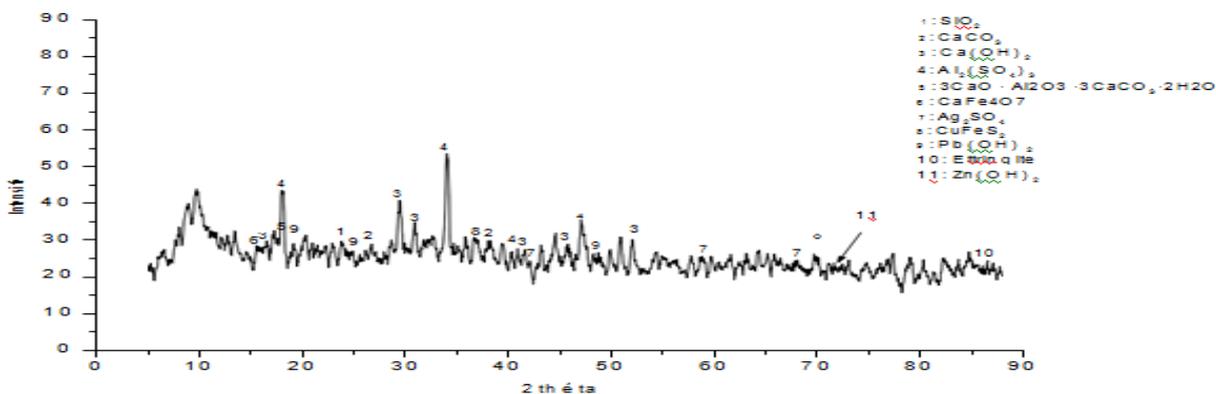
**Annexe 42.** Spectrogramme DRX pour F1M à 28 jours.



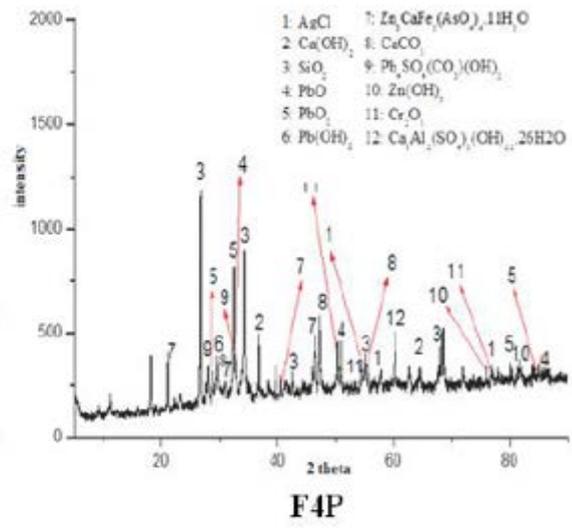
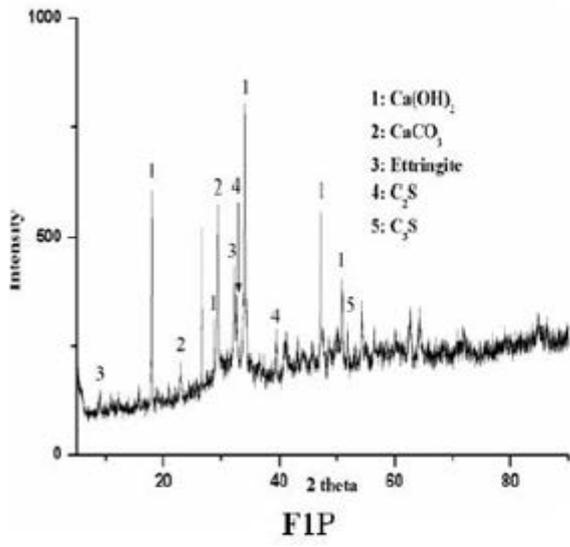
**Annexe 43.** Spectrogramme DRX pour F4P à 28 jours.



**Annexe 44.** Spectrogramme DRX pour F4M à 28 jours.



**Annexe 45.** Diffractogramme de matériau S/S E5.



Annexe 46. Analyse DRX du F1P et F4P.